УДК 669.292.3:546.18.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод определения фосфора

Vanadium base alloys and alloying elements. Method for determination of phosphorus

ГОСТ 26473.9—85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 752 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения фосфора (от $5 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}$%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более	Сопутствующий компонент	Массовая доля, %: не более
Алюминий	50	Молибден	25
Вольфрам	8	Ниобий	25
Железо	5	Титан	25
Кремний	1	Хром	40
Марганец	2,5	Цирконий	3

Метод основан на образовании невосстановленной формы фосфорномолибденовой гетерополикислоты, экстракции полученного комплекса смесью бутанола-1 с хлороформом, восстановлении комплекса в органической фазе двухлористым оловом и фотометрировании окраски экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Часы песочные на 2 мин или секундомер.

Воронки делительные вместимостью 100 см³.

Воронки стеклянные конические диаметром 30 мм.

Колбы мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см³ с делениями.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см³ без делений.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Тигли из стеклоуглерода марки СУ-2000 вместимостью 50 см³.

Стекла часовые диаметром 40 мм.

Фильтры бумажные обеззоленные «красная лента» диаметром 70 мм.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931—74, раствор концентрацией 0,4 моль/дм³.

Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор концентрацией 100 г/дм³ в глицерине.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрацией 100 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006—78.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

Смесь для экстрагирования: 30 см³ бутанола-1 смешивают с 70 см³ хлороформа.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Стандартный раствор фосфора (V) (запасной), содержащий 0,1 мг/см³ фосфора: 0,430 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Стандартный раствор фосфора (V) (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ (10 мкг/см³) фосфора (V), готовят разбавлением запасного раствора водой в 10 раз в день употребления.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г (при массовой доле фосфора от $5 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$%) или 0,1 г (при массовой

доле фосфора от $1 \cdot 10^{-2}$ до $5 \cdot 10^{-2}$%) помещают в стеклоуглеродный тигель и растворяют при осторожном нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, в 3 см³ фтористоводородной кислоты (при растворении лигатур, содержащих титан, хром, ниобий, вольфрам и цирконий) с 3 каплями раствора марганцовокислого калия. Полученный раствор упаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют при нагревании в смеси 7 см³ концентрированной соляной кислоты и 5 см³ этилового спирта, накрыв чашку часовым стеклом. Раствор нагревают до получения ярко-синей окраски (в присутствии хрома цвет раствора ярко-зеленый), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 15 см³ концентрированной соляной кислоты, доводят водой до метки (основной раствор), который используют также (при необходимости) для определения мышьяка по ГОСТ 26473.7—85.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В делительную воронку вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 10 см³, содержащую 0,5—10 мкг фосфора, приливают 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты, 10 см³ раствора молибденовокислого натрия и 20 см³ смеси для экстрагирования. Экстрагируют молибдофосфат, встряхивая раствор в течение 2 мин.

Органическую фазу (нижний слой), содержащую молибдофосфат, фильтруют через сухой бумажный фильтр в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объем до метки смесью для экстрагирования, прибавляют 1 каплю раствора двухлористого олова, тщательно перемешивают. Измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~630 нм и сухую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта.

Контрольный опыт на содержание фосфора в реактивах проводят через все стадии анализа одновременно с анализом серии проб. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта, измеренное по отношению к смеси для экстрагирования, не должно превышать 0,05, в противном случае меняют реактивы.

Массу фосфора находят по градуировочному графику.

4.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 100 см³ приливают пипеткой по 10 см³ раствора контрольного опыта, вводят из микробюретки 0,05; 0,1; 0,5 и 1,0 см³ рабочего стандартного раствора фосфора (V), что соответствует 0,5; 1,0; 1,5 и 10 мкг фосфора. Приливают 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты и далее поступают, как описано в п. 4.1, проводя измерение оптической плотности по отношению к одновременно приготовленному «нуле-

вому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора фосфора.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot 10^6},$$

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

V_1 — вместимость мерной колбы, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см^3;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

5.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$

Изменение № 1 ГОСТ 26473.9—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677

Дата введения 01.01.92

Раздел 2. Исключить ссылку: ГОСТ 36—78; заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(Продолжение см. с. 40)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.9—85)

gost.e-ecolog.ru

ый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2»;

таблица 2. Графа «Массовая доля фосфора, %». Заменить значения: $1 \cdot 10^{-3}$ на $10 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-2}$ на $10 \cdot 10^{-3}$.

(ИУС № 8 1991 г.)