УДК 669.15'74-198 : 546.18.06(083.74) Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОМАРГАНЕЦ

Метод определения содержания фосфора

Ferromanganese. Method for the determination of phosphorus content

ГОСТ 21876.5—76

Взамен ГОСТ 13091.6—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 мая 1976 г. № 1263 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ферромарганец и устанавливает фотометрический метод определения содержания фосфора (при содержании фосфора от 0,01 до 0,55%).

В стандарте частично учтены требования рекомендации СЭВ по стандартизации РС 2553—70.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Отбор проб производят по ГОСТ 4755—70 со следующим дополнением.

1.2.1. Проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 3, 1 : 30 и 1 : 50.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 30, 1 : 100 и плотностью 1,105 г/см^3; готовят следующим образом: 560 мл соляной кислоты разбавляют водой до 1 л.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Декабрь 1977 г.

gost.e-ecolog.ru

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 2,5%-ный раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 10%-ный раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65, 20%-ный раствор.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, 10%-ный раствор; готовят следующим образом: 100 г квасцов растворяют в 1 л 2 н. раствора серной кислоты.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72, перекристаллизованный; готовят следующим образом: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 мл воды при нагревании до 80°С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 мл 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 и высушивают на воздухе. Из полученной соли готовят 5%-ный водный раствор реактива.

Аммоний ванадиевокислый (мета) по ГОСТ 9336—75.

Реактивная жидкость.

Первый раствор; готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 500 мл воды, нагретой до 50—60°С. К полученному раствору при непрерывном перемешивании приливают 10 мл азотной кислоты и фильтруют.

Второй раствор; готовят следующим образом: 1,5 г ванадиевокислого аммония растворяют в 250 мл воды, нагретой до 50—60°С, затем охлаждают и приливают 250 мл азотной кислоты, разбавленной 1:3. Первый и второй растворы смешивают и приливают к смеси 80 мл азотной кислоты. Жидкость хранят в закрытой склянке из темного стекла.

Калий фосфорнокислый однозамещенный, стандартные растворы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, дважды перекристаллизованного и высушенного при 110±5°С, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в 100 мл воды, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг фосфора. Раствор готовят в день применения.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Метод определения содержания фосфора на основе синего фосфорно-молибденового комплекса (при содержании фосфора от 0,01 до 0,05%)

3.1.1. Метод основан на реакции образования желтой фосфорно-молибденовой гетерополикислоты и последующем восстановлении ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

Интенсивность синей окраски раствора пропорциональна содержанию в ней фосфора. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на спектрофотометре λ_{max}=840 нм или фотоэлектроколориметре с красным светофильтром.

3.1.2. Навеску ферромарганца массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 10 мл воды и 20 мл азотной кислоты. Колбу накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании, затем приливают 3 мл раствора марганцовокислого калия и кипятят до выделения двуокиси марганца (примерно 5 мин).

Осадок двуокиси марганца переводят в раствор, приливая по каплям раствор азотистокислого натрия, и кипятят в течение 2—3 мин.

Раствор выпаривают досуха, выдерживают на плите в течение 10 мин для удаления окислов азота, приливают 10 мл соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют.

Сухой остаток растворяют в 15—20 мл соляной кислоты, приливают 50 мл воды и нагревают до кипения. Затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности, осадок промывают 3—4 раза соляной кислотой, разбавленной 1:100, и 3—4 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Охладив тигель, остаток смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, 3—4 мл фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при температуре 600—700°С, охлаждают, прибавляют 1 г углекислого натрия и сплавляют в течение 2—3 мин при 950—1000°С. Полученный плав выщелачивают в стакане вместимостью 100 мл, содержащем 50 мл соляной кислоты, разбавленной 1:30, и после выщелачивания присоединяют к основному раствору.

Раствор выпаривают до объема 60—80 мл, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

В две мерные колбы вместимостью по 100 мл помещают по 25 мл анализируемого раствора, по 2 мл раствора железоаммонийных квасцов, по 30 мл воды, после чего нейтрализуют аммиаком до выделения гидроокиси железа. Затем прибавляют по каплям соляную кислоту плотностью 1,105 г/см³ до растворения осадка, приливают 10 мл 20%-ного раствора гидроксиламина и нагревают до кипения. Растворы при этом должны полностью обесцветиться.

К охлажденным растворам приливают по 10 мл соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³, в одну из колб добавляют по каплям 8 мл 5%-ного раствора молибденовокислого аммония, хорошо перемешивают 1—1,5 мин до появления синего окрашивания, после чего растворы в колбах доливают до метки и снова перемешивают.

Через 10—15 мин оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при λ_{max}=840 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром.

Раствором сравнения служит вторая аликвотная часть без добавления раствора молибденовокислого аммония.

Содержание фосфора находят по градуировочному графику.

3.1.3. Построение градуировочного графика.

В семь мерных колб вместимостью по 100 мл каждая помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6 и 7 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 и 0,07 мг фосфора. Восьмая мерная колба, в которую прибавляют все реактивы, за исключением раствора фосфора, служит контрольным опытом на загрязнение реактивов.

В каждую колбу приливают по 25 мл воды, по 2 мл 10%-ного раствора железоаммонийных квасцов, нейтрализуют раствор аммиаком до выделения гидроокиси железа.

Затем прибавляют по каплям соляную кислоту плотностью 1,105 г/см³ до растворения осадка, приливают по 10 мл раствора гидроксиламина и нагревают до кипения. Растворы при этом должны полностью обесцветиться.

К охлажденным растворам приливают по 10 мл соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³, добавляют по каплям 8 мл 5%-ного раствора молибденовокислого аммония, хорошо перемешивают 1—1,5 мин до появления синего окрашивания, после чего растворы в колбах доливают водой до метки и снова перемешивают.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при λ_{max}=840 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром. Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы, в которую прибавляют все реактивы.

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

3.2. Метод определения содержания фосфора на основе желтого фосфорно-ванадиево-молибденового комплекса при содержании фосфора свыше 0,05%

3.2.1. Метод основан на образовании в азотнокислой среде фосфорно-молибденово-ванадиевого комплексного соединения, окрашенного в желтый цвет. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на спектрофотометре при λ_{max}=415 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

3.2.2. Навеску ферромарганца массой 0,5 г (при содержании фосфора до 0,20%) и 0,2 г (при содержании фосфора свыше 0,20%) помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 10 мл воды и 20 мл азотной кислоты. Колбу прикрывают часовым стеклом и навеску растворяют при умеренном нагревании.

Затем приливают 3 мл раствора марганцовокислого калия и кипятят до выделения двуокиси марганца (примерно 5 мин).

Осадок двуокиси марганца переводят в раствор, приливая по каплям раствор азотнокислого натрия, и кипятят до удаления окислов азота.

Раствор выпаривают до начала кристаллизации солей, охлаждают, приливают 3 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 40—50 мл воды и нагревают до кипения. Затем фильтруют через фильтр средней плотности. Осадок промывают 3—4 раза азотной кислотой, разбавленной 1 : 50, и 3—4 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Охладив тигель, остаток смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 3—4 мл фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при 600—700°С, охлаждают, прибавляют 1 г углекислого натрия и сплавляют при 950—1000°С. Полученный плав выщелачивают в стакане вместимостью 100 мл, содержащем 50 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 30, и присоединяют к основному раствору.

Объединенный раствор выпаривают до 60—80 мл, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают водой до метки.

В мерную колбу вместимостью 100 мл отбирают 20 мл анализируемого раствора, приливают 10 мл воды, 6 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, а затем, при перемешивании, добавляют 10 мл реактивной жидкости.

Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при λ_{max}=415 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Содержание фосфора находят по градуировочному графику.

3.2.3. Построение градуировочного графика.

В семь мерных колб вместимостью по 100 мл каждая помещают 2, 6, 10, 14, 18, 22 и 25 мл стандартного раствора фосфора, что соответствует 0,02; 0,06; 0,1; 0,14; 0,18; 0,22 и 0,25 мг фосфора.

Восьмая мерная колба, в которую прибавляют все реактивы, за исключением раствора фосфора, служит контрольным опытом на загрязнение реактивов.

В каждую колбу приливают воду до объема 30 мл, по 8 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, по 10 мл реактивной жидкости, доливают водой до метки и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при $\lambda_{max}=415$ нм или фотоколориметре с синим светофильтром.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — количество фосфора, найденное по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,025	0,003
Св. 0,025 „ 0,04	0,006
„ 0,04 „ 0,08	0,008
„ 0,08 „ 0,15	0,01
„ 0,15 „ 0,30	0,015
„ 0,30 „ 0,55	0,02

Изменение № 1 ГОСТ 21876.5—76 Ферромарганец. Метод определения содержания фосфора

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.04.84 № 1515 срок введения установлен

с 01.10.84

Под наименованием стандарта проставить код. ОКСТУ 0809.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Ферромарганец. Методы определения фосфора**

Ferromanganese. Methods for the determination of phosphorus».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения фосфора при массовой доле фосфора в ферромарганце от 0,01 до 0,7 %».

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 4755—70 на ГОСТ 24991—81.

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1, 1:30, 1:100, плотностью 1,105 г/см³; 560 см³ соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор 1:1.

Кислота хлорная плотностью 1,57 или 1,61 г/см³.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2 %.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой долей 2,5 %.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой долей 10 %.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 20 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор с массовой долей 10 %; 100 г квасцов растворяют в 1 дм³ 1 моль/дм³ раствора серной кислоты.

Калий сурьмяновиннокислый, раствор с массовой долей 0,3 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3763—78 перекристаллизованный: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при температуре до 80 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см³ 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 и высушивают на воздухе. Из полученной соли готовят водный раствор с массовой долей 5 % и раствор: 1,74 г соли растворяют в 100 см³ воды, приливают 20,8 см³ серной кислоты, охлаждают и доливают водой до 250 см³.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, стандартные растворы.

Раствор А: 0,4393 г фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при температуре (105±5) °С до постоянной массы, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация фосфора в растворе А равна 0,0001 г/см³

Раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация в растворе Б равна 0,00001 г/см³».

Раздел 3. По всему тексту заменить единицу измерения и слово: мл на см³, «содержание» на «массовая доля».

(Продолжение см. стр. 68)

Пункты 3.1, 3.1.1 изложить в новой редакции: «3.1. Метод с применением в качестве восстановителя ионов двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина.

3.1.1. Метод основан на реакции образования желтой фосфорно-молибденовой гетерополикислоты, восстановления ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм».

Пункт 3.1.2. Седьмой абзац. Заменить слова: «по 2 мл раствора железоаммонийных квасцов» на «по 4 см³ раствора железоаммонийных квасцов»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спетрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм».

Пункт 3.1.3. Третий абзац. Заменить слова: «по 2 мл 10%-ного раствора железоаммонийных квасцов» на «по 4 см³ раствора железоаммонийных квасцов»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм. Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы, в которую прибавляют все реактивы».

Пункты 3.2—3.2.3 исключить.

Стандарт дополнить пунктами — 3.3—3.3.3: «3.3. Метод с применением в качестве восстановителя аскорбиновой кислоты в присутствии сурьмяновиннокислого калия

3.3.1. Метод основан на образовании фосфорно-молибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяновиннокислого калия до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 650 до 700 нм.

3.3.2. Навеску ферромарганца массой, указанной в табл. 1, помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, осторожно приливают 20 см³ раствора азотной кислоты. После окончания бурной реакции добавляют 10 см³ фтористоводородной кислоты и 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения обильных паров хлорной кислоты, а затем выпаривают досуха. Чашку охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, растворяют при нагревании, приливают 50—70 см³ воды, затем переливают в мерную колбу вместимостью согласно табл. 1, охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют через двойной плотный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора, отобранную согласно табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения обильных паров хлорной кислоты. К остатку приливают 50 см³ воды, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 1 см³ раствора сурьмяновиннокислого калия. Через 10—15 мин раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 650 до 700 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы находят массу фосфора по градуировочному графику.

(Продолжение см. стр. 69)

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,01 до 0,05	0,5	50	10
Св. 0,05 » 0,10	0,5	100	10
» 0,10 » 0,25	0,5	200	10
» 0,25 » 0,50	0,5	250	5
» 0,50 » 0,70	0,25	250	5

3.3.3. Для построения градуировочного графика в семь из восьми стаканов вместимостью 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006 и 0,00007 г фосфора. В восьмой стакан стандартный раствор не приливают. Затем в каждый стакан приливают по 1 см³ раствора хлорной кислоты и выпаривают до выделения паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 50 см³ воды, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 1 см³ раствора сурьмяновиннокислого калия. Через 10—15 мин растворы переливают в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 3.3.2.

Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

(Продолжение см. стр. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 21876.5—76)

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. Обработка результатов

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

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

где m_1 – масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

m – масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,004
Св. 0,02 » 0,05	0,005
» 0,05 » 0,10	0,008
» 0,10 » 0,20	0,01
» 0,20 » 0,50	0,02
» 0,50 » 0,70	0,03

(ИУС № 8 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21876.5—76 Ферромарганец. Методы определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.03.89 № 564

Дата введения 01.01.90

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Четвертый абзац дополнить нормой: 1:20;

тринадцатый абзац. Заменить слова: «1 моль/дм³ раствора серной кислоты» на «раствор серной кислоты 1:20»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «и раствор» на «и раствор реактивной смеси»;

предпоследний абзац дополнить словами: «готовят в день применения»;

заменить ссылку: ГОСТ 3763—78 на ГОСТ 3763—76.

Пункт 3.1.2. Седьмой абзац. Исключить слова: «20%-ного»;

последний абзац изложить в новой редакции: «После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы находят массу фосфора по градуировочному графику».

Пункт 3.1.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график».

Пункт 3.3.2. Второй абзац. Заменить слова: «5 см³ раствора молибденовокислого аммония» на «5 см³ раствора реактивной смеси молибденовокислого аммония»;

третий абзац изложить в новой редакции. «В качестве раствора сравнения применяют воду».

(Продолжение см. с. 64)

(Продолжение изменения к ГОСТ 21876.5—76)

Пункт 3.3.3. Первый абзац. Заменить слова: «5 см³ раствора молибденовокислого аммония» на «5 см³ раствора реактивной смеси молибденовокислого аммония».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Погрешность результата анализа Δ	Расхождение результатов двух анализов $d_к$	Расхождение двух параллельных определений d_2	Расхождение трех параллельных определений d_3	Расхождение результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,010 до 0,02 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св. 0,02 » 0,05 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,007	0,008	0,007	0,008	0,004
» 0,10 » 0,20 »	0,009	0,011	0,009	0,011	0,006
» 0,2 » 0,5 »	0,015	0,019	0,016	0,020	0,010
» 0,5 » 0,8 »	0,022	0,028	0,023	0,028	0,014

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 6 1989 г.)