

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 гетерополиоксидной кислоты, экстракции полученного комплекса смесью бутанола-1 с хлороформом, восстановлении комплекса в органической фазе двуххлористым оловом и фотометрировании окраски экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



58

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.

Тиган 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 концентрации 0,4 моль/дм³.

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

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации 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 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, в 3 см^3 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 см^3 концентрированной соляной кислоты и 5 см^3 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 см^3 , приливают 15 см^3 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 см^3 отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 10 см^3 , содержащую 0,5—10 мкг фосфора, приливают $2,5 \text{ см}^3$ концентрированной соляной кислоты, 10 см^3 раствора молибденовокислого натрия и 20 см^3 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 см^3 , 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 $\sim 630 \text{ нм}$ 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 см^3 приливают пипеткой по 10 см^3 раствора контрольного опыта, вводят из микробюретки 0,05; 0,1; 0,5 и $1,0 \text{ см}^3$ рабочего стандартного раствора фосфора (V), что соответствует 0,5; 1,0; 1,5 и 10 мкг фосфора. Приливают $2,5 \text{ см}^3$ 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

$$X = \frac{m \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot 10^4},$$

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

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

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
ГОД определения
Утверждено и в
СССР по управл.

Раздел 2. И
— 72 на ГОСТ 18

Пункт 5.
ежных расходов
таблица
на $10 \cdot 10^{-4}$;