

## 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.



**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 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные конические диаметром 30 мм.

Колбы мерные вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup> с делениями.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> без делений.

Микробюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см<sup>3</sup>.

Тигли из стеклоуглерода марки СУ-2000 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Олово двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup> в глицерине.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006—78.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

Смесь для экстрагирования: 30 см<sup>3</sup> бутанола-1 смешивают с 70 см<sup>3</sup> хлороформа.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Стандартный раствор фосфора (V) (запасной), содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> фосфора: 0,430 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

Стандартный раствор фосфора (V) (рабочий), содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> (10 мкг/см<sup>3</sup>) 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  $10 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, в  $3 \text{ см}^3$  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  $7 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты и  $5 \text{ см}^3$  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  $50 \text{ см}^3$ , приливают  $15 \text{ см}^3$  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  $100 \text{ см}^3$  отбирают пипеткой аликвотную часть раствора  $10 \text{ см}^3$ , содержащую 0,5—10 мкг фосфора, приливают  $2,5 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты,  $10 \text{ см}^3$  раствора молибденовокислого натрия и  $20 \text{ см}^3$  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  $25 \text{ см}^3$ , 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  $50 \text{ мм}$  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  $100 \text{ см}^3$  приливают пипеткой по  $10 \text{ см}^3$  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, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — 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)*

Пункт 5.2. Первый 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.)