

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения фосфора

Hard-facing materials.
Method of phosphorus determination

ГОСТ
11930.8—79*

Взамен
ГОСТ 11930—66
в части разд. 6

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262 срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,02 до 0,3%) в прутках для наплавки марок: Пр-С27, Пр-С1, Пр-С2 по ГОСТ 21449—75, порошковых из сплавов для наплавки марок: ПГ-С27, ПГ-С1, ПГ-УС25, ПГ-ФБХ6—2, ПГ-АН1, ПГ-СР2, ПГ-СР3, ПГ-СР4 по ГОСТ 21448—75, смесях порошков для наплавки марок: С2М, ФБХ6-2 по ГОСТ 11546—75.

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

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, 20%-ный раствор.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3—85).



Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 10%-ный раствор.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74.

Стандартные растворы:

раствор А готовят растворением в воде 0,426 г реактива в мерной колбе вместимостью 500 см³ и разбавляют до метки дистиллированной водой.

1 см³ раствора А содержит 0,0002 г фосфора;

раствор Б готовят следующим образом: 1 см³ раствора А разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см³.

1 см³ раствора Б содержит 0,000002 г фосфора.

Ксиленоловый оранжевый 0,1%-ный водный раствор. Готовят за день до работы.

Реактив предварительно проверяют на пригодность к реакции образования комплекса с фосфорномолибденовой гетерополиокислотой: в 10 см³ ацетона добавляют 0,1 см³ (3—4 капли) 0,1%-ного ксиленолового оранжевого. Если раствор остается бесцветным или имеется слабозеркальное окрашивание, реактив пригоден для анализа, если же окраска фиолетовая, реактив комплекса с фосфорномолибденовой гетерополиокислотой не образует.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 10%-ного раствора молибдата аммония и оставляют на 10 мин для образования фосфорномолибденовой гетерополиокислоты. Затем в колбу вводят 5 см 0,1%-ного раствора 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 фотоэлектроколо-

риметре 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 10%-ного раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин для развития окраски гетерополиокислоты. Далее добавляют 5 см³ 0,1%-ного раствора 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).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, при доверительной вероятности $P=0,95$, не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05	0,005
Св. 0,05 » 0,1	0,015
» 0,1 » 0,3	0,025

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 11930.8—79 Материалы наплавочные. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,02 до 0,3 %) в наплавочных материалах».

Раздел 2. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»; «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»; «0,1%-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 0,1 %».

Раздел 3. Заменить слова: «10%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 10 %» (2 раза), «0,1%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 0,1 %» (2 раза).

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11930.8—79)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «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

(ИУС № 3 1990 г.)