МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МЕДНО-ФОСФОРИСТЫЕ

Методы определения фосфора

Издание официальное

БЗ 1—2001

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 107; Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 3 октября 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 декабря 2000 г. № 384-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 6674.1—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2001 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 6674.1—74

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Гравиметрический метод 1
4.1 Сущность метода 1
4.2 Реактивы и растворы 1
4.3 Проведение анализа 2
4.4 Обработка результатов 2
5 Фотометрический метод 2
5.1 Сущность метода 2
5.2 Аппаратура, реактивы и растворы 3
5.3 Проведение анализа 3
5.4 Обработка результатов 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МЕДНО-ФОСФОРИСТЫЕ

Методы определения фосфора

Copper-phosphorous alloys.
Methods for determination of phosphorus

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и фотометрический методы определения фосфора при его содержании от 5 % до 14 % в медно-фосфористых сплавах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 859—78 Медь. Марки
ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
ГОСТ 4209—77 Магний хлористый 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5712—78 Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия
ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия
ГОСТ 6674.0—96 Сплавы медно-фосфористые. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования — по ГОСТ 6674.0.

4 Гравиметрический метод

4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении массы осадка пирофосфата магния после прокаливания его до постоянной массы.

4.2 Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:99.
Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 500 г/дм^3.
Аммоний хлористый (аммония хлорид) по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм^3.

Издание официальное

Магний хлористый (магния хлорид) по ГОСТ 4209.

Смесь магнезиальная: раствор 55 г кристаллического хлорида магния и 105 г хлорида аммония в 1 дм³ воды.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1 и 1:9.

Серебро азотнокислое (серебра нитрат) по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм³.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 0,5 г вносят в стакан вместимостью 300 см³, растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты, переносят в фарфоровую чашку, прибавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривают на кипящей водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривают в тех же условиях. Остаток высушивают при температуре (130±5) °С. К высушенному остатку прибавляют 5 см³ азотной кислоты, 5 см³ соляной кислоты и 50 см³ горячей воды. Раствор переносят в стакан вместимостью 300 см³. Если при растворении остатка выделяется кремниевая кислота, содержимое стакана фильтруют через фильтр «синяя лента». В этом случае осадок промывают горячей разбавленной соляной кислотой (1:99) до исчезновения реакции на медь (контроль проводят с помощью разбавленного аммиака (1:1) по реакции образования аммиачного комплекса меди, раствор которого имеет насыщенно-синий цвет).

К полученному раствору прибавляют 10 см³ раствора лимонной кислоты, 20 см³ раствора хлорида аммония и 25 см³ магнезиальной смеси.

4.3.2 К раствору добавляют постепенно при перемешивании аммиак, разбавленный 1:1, до образования аммиачного комплекса меди синего цвета. Раствор тщательно перемешивают, касаясь стеклянной палочкой стенок стакана до начала выделения осадка. Затем приливают избыток разбавленного аммиака (1:1) в количестве, составляющем $^1/_5$ часть объема содержимого стакана, и оставляют на ночь.

4.3.3 Раствор с осадком фильтруют через фильтр «синяя лента», промывая осадок разбавленным аммиаком (1:9). Осадок на фильтре растворяют в 10 см³ горячей разбавленной соляной кислоты (1:1) и промывают фильтр 3—5 раз горячей разбавленной соляной кислотой (1:99), собирая фильтрат и промывные воды в стакан, в котором проводилось первоначальное осаждение фосфора.

К полученному солянокислому раствору прибавляют 10 см³ раствора хлорида аммония, 5 см³ магнезиальной смеси, разбавляют до 100 см³ водой и далее поступают, как указано в 4.3.2.

4.3.4 Содержимое стакана фильтруют через фильтр «синяя лента», осадок промывают разбавленным аммиаком (1:9) до исчезновения реакции на ионы хлора (контроль проводят с помощью нитрата серебра). Высушенный при 105 °С в сушильном шкафу осадок вместе с фильтром помещают в предварительно прокаленный и взвешенный тигель, фильтр озоляют, а затем прокаливают до постоянной массы при температуре (1100±20) °С.

Одновременно проводят контрольный опыт.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Содержание фосфора X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\,0{,}2783}{m}\,100\,, \qquad (1)$$

где m_1 — масса прокаленного осадка пирофосфата магния из навески сплава, г;

m_2 — масса прокаленного осадка пирофосфата магния в контрольном опыте, г;

0,2783 — коэффициент пересчета пирофосфата магния на фосфор;

m — масса навески сплава, г.

4.4.2 Расхождение результатов двух параллельных определений не должно превышать допускаемое значение (при доверительной вероятности 0,95), равное 0,10 %.

4.4.3 Расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разное время разными исполнителями, не должно превышать допускаемое значение (при доверительной вероятности 0,95), равное 0,20 %.

5 Фотометрический метод

5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении при длине волны 570 нм оптической плотности раствора, образованного в присутствии тиомочевины фосфорно-молибденового комплекса (молибденовой сини).

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Калий марганцовокислый (калия перманганат) по ГОСТ 20490, раствор 20 г/дм³.

Аммоний щавелевокислый (аммония оксалат) по ГОСТ 5712, раствор 25 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:2.

Спирт этиловый ректификованный технический (этанол) по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Аммоний молибденовокислый (аммония молибдат) по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 50 г/дм³. Перекристаллизацию молибдата аммония проводят следующим образом: 70 г препарата растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80 °С и дважды фильтруют горячий раствор через один и тот же фильтр «синяя лента». К раствору прибавляют 250 см³ этанола. Раствор охлаждают и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, отсасывая раствор, и повторяют перекристаллизацию. После фильтрования кристаллы промывают 2—3 раза этанолом, разбавленным 5:8, порциями от 20 до 30 см³. После этого их высушивают на воздухе.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Калий фосфорнокислый однозамещенный (монокалийфосфат) по ГОСТ 4198.

Приготовление стандартного раствора фосфора: 8,7874 г монокалийфосфата (предварительно высушенного при 105 °С до постоянной массы) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,002 г фосфора.

Медь по ГОСТ 859.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску сплава массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты и кипятят до удаления оксидов азота.

5.3.2 Добавляют 5 см³ раствора перманганата калия и выдерживают на теплой плите до полной коагуляции оксида марганца (IV). Добавляют по каплям раствор оксалата аммония до полного растворения осадка. Во избежание избытка оксалата аммония после добавления каждой капли его раствор тщательно перемешивают.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

5 см³ раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 12 см³ разбавленной соляной кислоты (1:2), по 10 см³ растворов тиомочевины и молибдата аммония. Все реактивы приливают медленно при постоянном перемешивании. Доводят до метки водой и снова перемешивают. Проба готова к анализу.

5.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть конических колб вместимостью 250 см³ помещают по 0,1 г меди, добавляют 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора фосфора и растворяют, добавляя в каждую колбу по 20 см³ раствора азотной кислоты, кипятят до удаления оксидов азота и далее поступают, как указано в 5.3.2.

5.3.4 Через 15 мин после приготовления измеряют оптическую плотность раствора пробы и растворов для построения градуировочного графика на фотоэлектроколориметре при длине волны 570 нм в кювете толщиной слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит вода.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах «оптическая плотность раствора — масса фосфора, соответствующая аликвотной части раствора». Массовую долю фосфора в пробе определяют по градуировочному графику.

5.3.5 Допускается устанавливать массовую долю фосфора методом сравнения. Для этого одновременно с анализом пробы проводят анализ образца сравнения по 5.3.1 и 5.3.2, в качестве которого используют стандартный образец с близким содержанием фосфора.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю фосфора X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} 100 , \qquad (2)$$

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

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

5.4.2 При использовании метода сравнения массовую долю фосфора X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C\,A\,m_1}{A_1\,m}, \qquad (3)$$

где C — массовая доля фосфора в образце сравнения, %;

A — значение оптической плотности анализируемого раствора;

m_1 — масса навески образца сравнения, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г;

A_1 — значение оптической плотности раствора сравнения;

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

5.4.3 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемые значения согласно 4.4.2 и 4.4.3.

УДК 669.35'779:546.18.06:006.354 МКС 77.120.30 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: сплавы медно-фосфористые, фосфор, гравиметрический метод, фотометрический метод, фосфорно-молибденовый комплекс

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.03.2001. Подписано в печать 13.04.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж экз. С 753. Зак. 421.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru