МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.3:546.18.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

Метод определения фосфора

ГОСТ 13938.3—78

Copper.
Method for determination of phosphorus

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в меди марок в соответствии с ГОСТ 859, за исключением М00к и М00б (при массовой доле фосфора от 0,0003 до 0,06 %).

Метод основан на образовании фосфорно-молибдено-ванадиевой гетерополикислоты в 1 н. растворе азотной кислоты. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 400—413 или 440—453 нм в зависимости от содержания фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 2:1, 1:1, 1:5.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, раствор 2,5 г/дм^3; готовят следующим образом: 2,5 г ванадиевокислого аммония растворяют в 650 см^3 воды, добавляют 10 см^3 азотной кислоты и доливают водой до 1 дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный раствор 100 г/дм^3. Перекристаллизацию проводят следующим образом: навеску соли массой 100—120 г растворяют в 400 см^3 воды при температуре 80 °С и дважды фильтруют горячий раствор через плотный фильтр «синяя лента». К раствору добавляют 250 г этилового спирта, охлаждают и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера. Полученный молибденовокислый аммоний растворяют и снова перекристаллизовывают, фильтруют на воронку Бюхнера, промывают 2—3 раза этиловым спиртом по 20—30 см^3, после чего их высушивают на воздухе. Перед применением из перекристаллизованной соли готовят раствор следующим образом: 100 г соли растворяют в 700—800 см^3 воды и добавляют 25—30 см^3 аммиака. Перемешивают до растворения навески, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 через вату или бумажную массу, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929 и раствор (1:9).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,2 моль/дм^3 (1 н.).

Медь по ГОСТ 859.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, высушенный при 80—90 °С в течение 1 ч.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773, высушенный при 102—105 °С.

Растворы фосфора стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,458 г двузамещенного фосфорнокислого натрия или 0,439 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 50—70 $дм^3$ воды, добавляют 2 $см^3$ азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,025 мг фосфора.

Растворы А и Б свежеприготовленные хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение фосфора при массовой доле его менее 0,003 %

Навеску меди массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, накрывают часовым стеклом и растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 2:1, при нагревании, не допуская кипения (при необходимости кислоту добавлять порциями по 10 $см^3$). После растворения пробы при слабом кипении удаляют окислы азота, не снимая часовое стекло. Раствор охлаждают, прибавляют 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия и оставляют раствор на 5 мин. Затем нагревают до кипения, кипятят в течение 1 мин и охлаждают до 30—40 °С. Прибавляют 2 $см^3$ перекиси водорода, разбавленной 1:9, кипятят в течение 1 мин, прибавляют 5 $см^3$ раствора ванадиевокислого аммония и продолжают кипятить в течение 1 мин. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. При постоянном перемешивании по каплям прибавляют 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония. После этого раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—413 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор, содержащий 5 г меди и все реактивы, кроме молибденовокислого аммония.

Одновременно проводят два контрольных опыта: 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 2:1, выпаривают до 3—4 $см^3$ и разбавляют 25 $см^3$ воды. Затем добавляют 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия и поступают так, как указано выше при определении фосфора в меди.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 3—4 $см^3$ азотной кислоты, 25 $см^3$ воды и 5 $см^3$ раствора ванадиевокислого аммония. Раствор кипятят в течение 1 мин, переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доливают водой до метки.

Среднюю величину оптической плотности растворов контрольных опытов вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора. Количество фосфора устанавливают по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 3.4.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Определение фосфора при массовой доле его от 0,002 до 0,006 %

Определение проводят по п. 3.1, однако измерение оптической плотности раствора выполняют в кюветах с толщиной слоя 20 мм, а количество фосфора устанавливают по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 3.4.2.

3.3а. Определение фосфора при массовой доле его от 0,001 до 0,06 %

Навеску меди массой 2,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 18—20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 1:3 и нагревают до удаления окислов азота, не допуская кипения раствора. Затем добавляют 20—25 $см^3$ воды и кипятят 3—4 мин. Охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$.

К полученному раствору приливают при перемешивании 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—453 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий молибденовокислого аммония.

Массу фосфора определяют по градуировочному графику.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.3. Определение фосфора при массовой доле его от 0,005 до 0,06 %

Навеску меди массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:1, не доводя до кипения при нагревании. После растворения меди при слабом кипении удаляют окислы азота, не снимая часовое стекло. Прибавляют 2 см³ перекиси водорода, разбавленной 1:9, и кипятят в течение 30 с, затем прибавляют 10 см³ раствора ванадиевокислого аммония и кипятят еще в течение 1 мин.

Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Прибавляют 10 см³ раствора молибденовокислого аммония при непрерывном перемешивании. Раствор в мерной колбе немедленно доливают водой до метки и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440—453 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор, содержащий 2 г меди (с массовой долей фосфора менее 0,0005 %) и все реактивы.

Массу фосфора в растворе устанавливают по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 3.4.3.

3.4. Построение градуировочного графика

3.4.1. *При массовой доле фосфора менее 0,003 %*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 25; 50; 75; 100; 125 и 150 мкг фосфора, прибавляют 3—4 см³ азотной кислоты, доливают водой до объема 30—35 см³, приливают 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и доливают водой до метки. После прибавления каждого раствора и во время приливания раствора молибденовокислого аммония, содержимое колб хорошо перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 400—413 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм относительно раствора без добавления фосфора.

3.4.2 При массовой доле фосфора от 0,002 до 0,006 % поступают так же, как в п. 3.4.1, однако количество стандартного раствора Б составляет 0; 2; 4; 6; 8; 10 и 12 см³, что соответствует 0; 50; 100; 150; 200; 250 и 300 мкг фосфора.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 400—413 нм в кюветах с толщиной слоя 20 мм относительно раствора без добавления фосфора.

3.4.3. При массовой доле фосфора от 0,005 до 0,06 % в восьми стаканах вместимостью 250 см³ взвешивают по 2,00 г меди, прибавляют 0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,0; 13,0 см³ раствора А, что соответствует 0; 100; 250; 500; 750; 1000; 1200; 1300 мкг фосфора. Затем растворяют в 30 см³ азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.3.

По значениям оптических плотностей, найденных в пп. 3.4.1—3.4.3, и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочные графики.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

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

m — масса навески меди, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0003 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 до 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0006	0,0008
» 0,010 » 0,030 »	0,001	0,003
» 0,030 » 0,060 »	0,002	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.3. Допускается определение фосфора по ГОСТ 741.8 и ГОСТ 13047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г.П. Гиганов, Е.М. Федиева, А.А. Бляхман, Е.Д. Шувалова, А.Н. Савельева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24.01.78 № 155**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13938.3—68**

4. **Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 4741—84**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 741.8—80	4.3
ГОСТ 859—78	Вводная часть; 2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 9336—75	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 11773—76	2
ГОСТ 13047.5—81	4.3
ГОСТ 13938.1—78	1
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 20490—75	2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в марте 1979 г., апреле 1983 г., июне 1985 г., апреле 1988 г. (ИУС 5—79, 7—83, 8—85, 7—88)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.10.99. Подписано в печать 06.12.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,53. Тираж 145 экз. С4024. Зак. 972.

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