к сборнику «Бронзы безоловянные. Методы анализа». Издание 2002 г.

В каком месте	Должно быть

ГОСТ 15027.11—77. Пункт 2.4.2. Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	d, %	D, %	Массовая доля фосфора, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,0025	0,0004	0,001	Св.0,05 до 0,10	0,005	0,01
Св. 0,0025 » 0,005	0,0006	0,001	» 0,1 » 0,2	0,01	0,02
» 0,005 » 0,010	0,001	0,002	» 0,2 » 0,5	0,02	0,05
» 0,01 » 0,02	0,002	0,005	» 0,5 » 0,8	0,03	0,1
» 0,02 » 0,05	0,003	0,007	» 0,8 » 1,2	0,05	0,1

(ИУС № 6 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения фосфора

Non-tin bronze.
Methods for the determination of phosphorus

ГОСТ 15027.11—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,001 % до 1,2 %), экстракционно-фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,002 % до 0,02 %) и экстракционно-фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,001 % до 0,1 %) в безоловянных бронзах по ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1531—79 и СТ СЭВ 5008—85 в части фотометрического и экстракционно-фотометрического метода определения фосфора по желтой фосфорно-молибденовой гетерополикислоте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и измерении его оптической плотности.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:2, 2:3 и 1:5.

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор 40 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: 320 см^3 концентрированной азотной кислоты и 120 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, готовят следующим образом: 2,5 г препарата растворяют в 500—700 см^3 горячей воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 20 см^3 концентрированной азотной кислоты, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 100 г/дм^3.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят следующим образом: 70 г препарата растворяют в 400 см³ воды при нагревании (70—80 °С) и дважды фильтруют горячий раствор через один и тот же плотный фильтр. К раствору добавляют 250 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера, отсасывая раствор, и повторяют перекристаллизацию. После второго отсасывания кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом, разбавленным 5:8, порциями по 20—30 см³. После этого их высушивают на воздухе.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 3 %-ный раствор.

Медь высокой чистоты с содержанием фосфора не более 0,0002 %.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772.

Стандартные растворы фосфора; готовят следующим образом: 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия или 0,4586 г двузамещенного фосфорнокислого натрия или 0,4260 г двузамещенного фосфорнокислого аммония (предварительно высушенных при 105 °С до постоянной массы) помещают в мерные колбы вместимостью 250 см³ (раствор А) 500 см³ (раствор Б) и 1000 см³ (раствор В), растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор А содержит 0,0004 г фосфора в 1 см³.

Раствор Б содержит 0,0002 г фосфора в 1 см³.

Раствор В содержит 0,0001 г фосфора в 1 см³.

Раствор Г: 25 см³ раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Г содержит 0,000025 г фосфора в 1 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1 *При массовой доле фосфора до 0,1 %*

2.3.1.1. При анализе бронз с массовой долей олова и кремния до 0,05 %.

Навеску бронзы массой 2,5 г (при массовой доле фосфора от 0,001 % до 0,005 %) и 1 г (при массовой доле фосфора свыше 0,005 %) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют соответственно 25 или 10 см³ раствора азотной кислоты 2:3 и растворяют сначала на холоду, а затем при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением. Добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и нагревают почти до кипения. Добавляют 2 см³ раствора перекиси водорода, раствор перемешивают до разрушения избытка марганцовокислого калия и осветления раствора. Добавляют 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония и осторожно кипятят около 1 мин до разложения перекиси водорода. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 440 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор пробы, в который не добавляют раствор молибденовокислого аммония.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.1.2. При анализе бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %.

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку или фторопластовый стакан, добавляют 15 см³ раствора борной кислоты, 2 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ концентрированной азотной кислоты и растворяют. После растворения выдерживают раствор 1 ч при температуре 90 °С. Раствор переносят в стеклянный стакан вместимостью 100 см³, ополаскивая 5 см³ воды, добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и нагревают до начала кипения.

Добавляют 2 см³ раствора перекиси водорода, раствор перемешивают до разрушения избытка марганцовокислого калия и осветления раствора. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 3, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония, кипятят 1 мин и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.1.3. При анализе бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %.

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 15 см³ смеси кислот для растворения и умеренно нагревают до полного растворения. Добавляют 1 см³ перекиси

водорода и осторожно кипятят 3—5 мин, избегая бурного и продолжительного кипения. Затем добавляют 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.1.4. Приготовление контрольного опыта.

В стакан вместимостью 100 см³ помещают 25 или 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:3, и кипятят до удаления окислов азота. Добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавляют раствор молибденовокислого аммония.

2.3.1.5. Построение градуировочных графиков при анализе бронз, содержащих до 0,05 % олова и кремния

2.3.1.5.1. При массовой доле фосфора от 0,001 % до 0,005 %

В шесть стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 2,5 г меди и в пять из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Г фосфора. Во все стаканы добавляют 25 см³ раствора азотной кислоты (2:3) и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.3.1.5.2. При массовой доле фосфора свыше 0,005 %

В десять стаканов вместимостью по 100 см³ помещают по 1 г меди и в девять из них добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора В фосфора. Во все стаканы добавляют по 10 см³, раствора азотной кислоты 2:3 и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.3.1.4—2.3.1.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3.1.6. Построение градуировочного графика при анализе бронз с массовой долей кремния свыше 0.05 %.

В восемь платиновых чашек или фторопластовых стаканов помещают по 1 г меди и в семь из них добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора В. Во все чашки или стаканы добавляют по 15 см³ раствора борной кислоты, по 2 см³ фтористоводородной кислоты, по 10 см³ концентрированной азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным данным строят градуировочный график.

2.3.1.7. Построение градуировочного графика при анализе бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %.

В восемь стаканов вместимостью по 100 см³ помещают по 1 г меди и в семь из них добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора В. Во все стаканы добавляют по 15 см³ смеси кислот и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным данным строят градуировочный график.

2.3.2. При массовой доле фосфора свыше 0,1 %.

2.3.2.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью по 100 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот и умеренно нагревают до полного растворения. Добавляют 1 см³ раствора перекиси водорода и осторожно кипятят 3—5 мин, избегая бурного и продолжительного кипения. Затем добавляют 10 см³ раствора ванадиево-кислого аммония, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 470 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавляют раствор молибденовокислого аммония.

2.3.2.2. Построение градуировочного графика.

В девять стаканов вместимостью по 100 см³ помещают по 0,5 г меди и в восемь из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б; 8,0; 10,0 и 15,0 см³ стандартного раствора А. Во все стаканы добавляют по 20 см³ смеси кислот и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора.

По полученным данным строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса фосфора в пробе, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса фосфора в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,0025	0,0004	Св. 0,050 до 0,100	0,005
Св. 0,0025 » 0,005	0,0006	» 0,10 » 0,20	0,01
» 0,005 » 0,010	0,001	» 0,20 » 0,50	0,02
» 0,010 » 0,020	0,002	» 0,50 » 0,80	0,03
» 0,020 » 0,050	0,003	» 0,80 » 1,20	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ПО СИНЕЙ ОКРАСКЕ ФОСФОРНОМОЛИБДЕНОВОЙ ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на экстрагировании комплекса фосфора с молибденовокислым аммонием при pH 1,5 н-бутиловым спиртом, восстановлении его двухлористым оловом непосредственно в органической фазе до фосфорномолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, разбавленная 1:10 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:5 и раствор 0,05 моль/дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор; готовят следующим образом: 15 г перекристаллизованного молибденовокислого аммония растворяют в 300 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:5, и отфильтровывают.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония см. п. 2.2.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Олово двухлористое по ТУ 6—09—5393, свежеприготовленный раствор; готовят следующим образом: 4 г препарата растворяют в 100 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, 1 см^3 этого раствора разбавляют 50 см^3 раствора 0,05 моль/дм^3 серной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172.

Спирт н-бутиловый по ГОСТ 6006, перегнанный при 118 °С.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А; готовят следующим образом: 2,29 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, высушенного при 105 °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и водой разбавляют до метки.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,0005 г фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для бронз, не содержащих кремний*

Навеску бронзы (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, накрывают часовым стеклом и растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г
От 0,002 до 0,005	1
Св. 0,005 » 0,01	0,5
» 0,01 » 0,02	0,25

После растворения пробы стенки стакана и стекло обмывают водой. В стакан приливают 20 $см^3$ раствора хлорной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления обильных белых паров и образования влажных солей и затем охлаждают. К остатку приливают 40 $см^3$ воды, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения солей и охлаждают. Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$, приливают 10 $см^3$ хлорной кислоты, разбавленной 1:10, 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают, затем добавляют 20 $см^3$ н-бутилового спирта и энергично встряхивают 1 мин. После расслаивания фаз водный слой отбрасывают. В делительную воронку приливают 5 $см^3$ раствора двухлористого олова, вновь перемешивают в течение 30 с и после расслаивания фаз удаляют водный слой. Экстракт переносят в сухую мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, в которую добавлено 0,2 г безводного сернокислого натрия, ополаскивают воронку н-бутиловым спиртом, переносят его в ту же мерную колбу, доливают до метки н-бутиловым спиртом и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 600—700 нм в кювете длиной 2 см или на спектрофотометре при длине волны 780 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. *Для кремнистых бронз*

Навеску (см. табл. 2) помещают в платиновую чашку и растворяют в смеси 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты. После растворения пробы раствор выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание досуха еще три раза, каждый раз прибавляя по 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Растворяют соли при нагревании в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и переносят раствор в стакан вместимостью 250 $см^3$. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью 100—150 $см^3$ переносят 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 $см^3$ стандартного раствора Б. Растворы разбавляют водой до 20 $см^3$, приливают по 10 $см^3$ хлорной кислоты, разбавленной 1:10, по 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора и проведенный через все стадии анализа.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю сурьмы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ПО ЖЕЛТОЙ ФОСФОРНОМОЛИБДЕНОВОЙ ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТЕ

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого комплекса фосфора с молибденовокислым аммонием при pH около 1,5, экстрагируемого смесью хлороформа и н-бутилового спирта.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кристаллический фиолетовый, раствор 10 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм^3.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят, как указано в п. 2.2.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, разбавленный 5:8.

Смесь для экстракции; готовят следующим образом: смешивают н-бутиловый спирт и хлороформ 1:3.

Смесь для промывки; готовят следующим образом: к 500 см^3 воды прибавляют 120 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2, 30 см^3 раствора молибденовокислого аммония и 40 см^3 н-бутилового спирта.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного при 105 °С, растворяют в колбе вместимостью 1 дм^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронз, не содержащих кремний*

В зависимости от содержания фосфора навеску бронзы (табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10—25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании.

Таблица 4*

Массовая доля фосфора, %		Масса навески, г
От 0,001	до 0,0025	2
Св. 0,0025	» 0,005	1
» 0,005	» 0,01	0,5
» 0,01	» 0,02	0,25
» 0,02	» 0,1	0,1

После растворения пробы стенки стакана и стекло обмывают водой, кипятят раствор до удаления окислов азота и разбавляют водой до 75 см^3. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 1,5, контролируя pH капельной пробой с раствором кристаллического фиолетового или по индикаторной бумаге. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3 и разбавляют водой до 100 см^3. Добавляют 6 см^3 раствора молибденовокислого аммония, остав-

* Таблица 3. **(Исключена, Изм. № 2).**

ляют на 10 мин, затем добавляют 8 см³ н-бутилового спирта и энергично перемешивают для насыщения водного раствора спиртом, добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и перемешивают. Желтый комплекс фосфорномолибденовой кислоты экстрагируют 10 см³ смеси для экстракции, осторожно встряхивают 1 мин. После разделения фаз нижнюю органическую фазу переносят в другую делительную воронку. К водной фазе вновь добавляют смесь для экстракции, проводя ее еще двукратно с 5 см³ смеси. Последняя порция экстракта должна быть бесцветной. Органический слой промывают в делительной воронке 50 см³ смеси для промывки, перемешивая 30 с. После раздела фаз нижний слой сливают в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³, в которой находится 0,2 г безводного сернокислого натрия, перемешивают и доливают до метки смесью для экстракции.

Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектроколориметре с фиолетовым или синим светофильтром при длине волны 420—430 нм в кювете длиной 2 см или на спектрофотометре при $\lambda = 420$ нм в кювете длиной 1 см по отношению к раствору контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. *Для кремнистых бронз*

Навеску (табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют в смеси 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см³ фтористоводородной кислоты при осторожном нагревании и выпаривают досуха. Ополаскивают стенки чашки 10 см³ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание досуха еще три раза, каждый раз добавляя по 10 см³ концентрированной азотной кислоты.

К сухому остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют соли и раствор переводят в стакан вместимостью 250 см³, ополаскивая чашку водой несколько раз и раствор кипятят до удаления окислов азота, затем разбавляют водой до 75 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В десять стаканов вместимостью по 250 см³ вводят последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ раствора Б фосфора, дабавляют по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до 75 см³ и далее поступают, как указано в п. 4.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора.

По найденным величинам оптических плотностей и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю фосфора (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески бронзы, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, проведенных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

4.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

4.4.3, 4.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.11—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1531—79 и СТ СЭВ 5008—85 в части фотометрического и экстракционно-фотометрического методов определения фосфора

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 6006—78	3.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 9336—75	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 9656—75	2.2, 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 4.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 3772—74	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4166—76	3.2, 4.2	ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 4172—76	2.2, 3.2	ГОСТ 20015—88	4.2
ГОСТ 4198—75	2.2, 4.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4
ГОСТ 4204—77	3.2	ТУ 6—09—5393—88	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2		

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

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., апреле 1986 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 7—86, 6—88)

к сборнику «Бронзы безоловянные. Методы анализа». Издание 2002 г.

В каком месте	Должно быть

ГОСТ 15027.11—77. Пункт 2.4.2. Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	*d*, %	*D*, %	Массовая доля фосфора, %	*d*, %	*D*, %
От 0,001 до 0,0025	0,0004	0,001	Св.0,05 до 0,10	0,005	0,01
Св. 0,0025 » 0,005	0,0006	0,001	» 0,1 » 0,2	0,01	0,02
» 0,005 » 0,010	0,001	0,002	» 0,2 » 0,5	0,02	0,05
» 0,01 » 0,02	0,002	0,005	» 0,5 » 0,8	0,03	0,1
» 0,02 » 0,05	0,003	0,007	» 0,8 » 1,2	0,05	0,1

(ИУС № 6 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru