ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72623— 2026

СПЛАВЫ МЕДНО-ФОСФОРИСТЫЕ

Определение массовой доли селена экстракционно-фотометрическим методом

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 372 «Редкие и редкоземельные металлы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2026 г. № 401-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие требования 2
5 Сущность метода 2
6 Требования к условиям проведения анализа 2
7 Требования к квалификации персонала 3
8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование 3
9 Подготовка к проведению анализа 4
10 Проведение анализа 4
11 Обработка результатов анализа 5
12 Оформление результатов анализа 5
13 Контроль точности результатов анализа 6
14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности 6
Приложение А (обязательное) Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости 8
Библиография 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ МЕДНО-ФОСФОРИСТЫЕ

Определение массовой доли селена экстракционно-фотометрическим методом

Copper-phosphorous alloys. Determination of mass fraction of selenium by extraction-photometric method

Дата введения — 2027—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод для определения массовой доли селена от 0,003 % до 0,01 % в медно-фосфористых сплавах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4515 Сплавы медно-фосфористые. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5848 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10298 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 24231 Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа

Издание официальное

ГОСТ 25086 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28053 Стружка цветных металлов и сплавов. Методы отбора, подготовки проб и методы испытаний

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59123 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Общие требования и классификация

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.315, ГОСТ 25086, [1]—[3].

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — в соответствии с ГОСТ 25086.

4.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят по ГОСТ 4515, ГОСТ 24231, ГОСТ 28053 и нормативным документам на конкретную продукцию.

5 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе азотной кислоты, упаривании раствора пробы с соляной и серной кислотами, образовании окрашенного комплекса селена с орто-фенилендиамином, экстракции его толуолом и измерении оптической плотности органической фазы при длине волны 340 нм (без отделения сопутствующих элементов). Наличие в пробах до 25 % фосфора не оказывает влияние на определение селена. Мешающее влияние меди устраняется прибавлением избытка ортофенилендиамина, железа — фосфорной кислотой, висмута — трилоном Б за счет образования устойчивых комплексных соединений.

6 Требования к условиям проведения анализа

6.1 Температура окружающего воздуха — от 18 °С до 25 °С.

6.2 Относительная влажность — от 30 % до 80 %.

6.3 Атмосферное давление — от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.).

7 Требования к квалификации персонала

К выполнению анализа и/или обработке результатов допускаются лица, прошедшие профессиональную подготовку на уровне не ниже среднего специального образования или прошедшие профессиональную переподготовку по направлениям, соответствующим проведению химического анализа.

8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, аппаратуру, материалы, реактивы, растворы и вспомогательное оборудование:

- фотоэлектроколориметр или спектрофотометр;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II;
- термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498;
- барометр-анероид по нормативным документам и/или технической документации;
- гигрометр по нормативным документам и/или технической документации;
- плиту электрическую с закрытой спиралью по нормативным документам и/или технической документации;
- посуду лабораторную стеклянную по ГОСТ 25336;
- посуду мерную лабораторную стеклянную по ГОСТ 1770;
- чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- стекла часовые;
- пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;
- воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- фильтры беззольные «белая лента» по нормативным документам и/или технической документации;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту муравьиную по ГОСТ 5848;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- орто-фенилендиамин солянокислый по нормативным документам и/или технической документации, приготовленный в соответствии с 9.1.1;
- соль динатриевую этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, приготовленный в соответствии с 9.1.2; или стандарт-титр (фиксанал) трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3;
- толуол по ГОСТ 5789;
- селен технический марки СТ00 или СТ0 по ГОСТ 10298, стружку, или государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов селена с относительной погрешностью аттестованного значения не более ±1,0 % при доверительной вероятности P = 0,95;
- растворы селена А, Б стандартные, приготовленные в соответствии с 9.1.3.

Примечания

1 Используемые реактивы должны соответствовать квалификации не ниже «чистый для анализа» (ч. д. а).

2 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

9 Подготовка к проведению анализа

9.1 Приготовление вспомогательных растворов и смесей

9.1.1 Раствор орто-фенилендиамина солянокислого концентрацией 10 г/дм^3 (свежеприготовленный)

Для приготовления раствора навеску орто-фенилендиамина солянокислого массой 1,0 г растворяют в 100 см^3 воды при нагревании.

9.1.2 Раствор трилона Б концентрацией 0,1 моль/дм^3

Для приготовления раствора навеску трилона Б массой 37,224 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 воды и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Срок хранения раствора составляет 1 год.

9.1.3 Стандартный раствор селена

9.1.3.1 Раствор А:

Для приготовления раствора А навеску селена массой 0,0500 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют 7—10 капель азотной кислоты и растворяют селен при слабом нагревании, затем приливают 10 см^3 соляной кислоты, воды 15—20 см^3, охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Туда же приливают 20 см^3 соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг селена.

Срок хранения раствора составляет 3 месяца.

9.1.3.2 Раствор Б:

Для приготовления раствора Б 10 см^3 раствора А пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, приливают 5 см^3 соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,005 мг селена.

Раствор должен быть свежеприготовленным.

9.2 Построение градуировочного графика

В восемь стаканов вместимостью 100 см^3 помещают 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,0075; 0,010; 0,0125; 0,015; 0,020; 0,025 мг селена соответственно. Раствор разбавляют водой до объема 25—30 см^3, приливают 1 см^3 муравьиной кислоты и далее проводят градуировочные растворы через все стадии анализа в соответствии с 10.1.

Измеряют оптическую плотность градуировочных растворов после их приготовления в соответствии с 10.1.2 при длине волны 340 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно раствора сравнения — толуола.

Градуировочный график строят в системе координат: масса селена *С,* мг — оптическая плотность.

10 Проведение анализа

10.1 Навеску пробы массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 30 см^3 раствора азотной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и оставляют без нагревания на 15—20 мин. Затем раствор нагревают и выпаривают до объема 4—5 см^3. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 5 см^3 соляной кислоты, 20 см^3 раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и нагревают до появления паров серной кислоты.

10.1.1 Раствор охлаждают до комнатной температуры, обмывают стенки стакана 20 см^3 воды и вновь нагревают до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствора в стакан приливают 20 см^3 воды, накрывают стакан фарфоровой чашкой или часовым стеклом и нагревают до кипения. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

10.1.2 Аликвотную часть полученного раствора объемом 20 см^3 помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до объема 20—30 см^3, приливают 1 см^3 муравьиной кислоты, 5 см^3 ортофосфорной кислоты, 0,5 см^3 трилона Б, а затем 4—5 см^3 аммиака до достижения уровня pH примерно 1, прибавляют 3 см^3 раствора орто-фенилендиамина солянокислого,

перемешивают и оставляют на 20—25 мин. Затем раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 толуола и экстрагируют в течение 2 мин. Экстракт (органическую фазу) фильтруют через беззольный фильтр в сухую кювету с толщиной слоя 20 мм. Водную фазу отбрасывают.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт для учета загрязнения реактивов.

10.2 Оптическую плотность полученных в соответствии с 10.1 растворов анализируемой пробы измеряют при длине волны 340 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору сравнения — толуолу.

Соответствующую измеренной оптической плотности раствора массу селена в аликвотной части определяют по градуировочному графику, построенному в тех же условиях.

11 Обработка результатов анализа

11.1 Массовую долю селена X, %, в пробах медно-фосфористых сплавов вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 100 \cdot V_к}{m \cdot 1000 \cdot V_а}, \quad (1)$$

где C — масса селена, найденная по градуировочному графику, мг;

$V_к$ — объем мерной колбы, см^3;

$V_а$ — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

11.2 За результат анализа $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли селена X_1 и X_2 (полученных в условиях повторяемости, каждое из которых выполнено из отдельной навески), рассчитанное по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (2)$$

если абсолютное расхождение между результатами параллельных определений $|X_1 - X_2|$ не превышает предел повторяемости r, значения которого приведены в таблице А.1.

При превышении предела повторяемости получают еще два результата определений.

Если при этом расхождение максимального и минимального результатов четырех определений не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений. Значения критического диапазона для четырех результатов параллельных определений $CR_{0,95}(4)$ рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(4) = 1,3r. \quad (3)$$

Если расхождение максимального и минимального результатов четырех определений превышает критический диапазон $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают медиану четырех результатов параллельных определений.

12 Оформление результатов анализа

12.1 Совместно с результатом анализа представляют характеристику погрешности (при доверительной вероятности $P = 0,95$) в виде $\overline{X} \pm \Delta$,

где $\overline{X}$ — результат анализа, %;

Δ — погрешность результатов анализа, %.

12.2 Результат анализа оформляют записью в журнале, протоколом или регистрируют на электронных носителях.

13 Контроль точности результатов анализа

13.1 Оперативный контроль процедуры анализа с применением образцов для контроля (стандартных образцов) проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = |\overline{X} - C|, \quad (4)$$

где $\overline{X}$ — результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в образце для контроля ($\overline{X}$ представляет собой среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предел повторяемости r);

C — аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K принимают:

$$K = \Delta, \quad (5)$$

где Δ — погрешность результатов анализа (измерений), соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_к \le K. \quad (6)$$

При нарушении условия (6) измерения повторяют.

При повторном нарушении условия (6) измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Контроль точности результатов анализа допускается проводить с применением метода добавок. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения измерений, предусмотренные методикой выполнения анализа.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \overline{X}' - \overline{X} - C_д, \quad (7)$$

где $\overline{X}'$ — результат анализа пробы с добавкой (среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предел повторяемости r);

$\overline{X}$ — результат анализа пробы;

$C_д$ — значение добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2 + \Delta_д^2} = 1{,}41\Delta, \quad (8)$$

где $\Delta(\Delta_д)$ — значение показателя точности границ погрешности измерений (при P = 0,95), соответствующее содержанию компонента в пробе (пробе с добавкой).

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия (6).

При нарушении условия (6) измерения повторяют. При повторном нарушении условия (6) измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности

14.1 Помещение, в котором проводят анализ, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021.

14.2 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

14.3 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на оборудование.

14.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

14.5 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ Р 59123.

14.6 Утилизация отработанных проб, реактивов должна осуществляться в соответствии с действующими в лаборатории (на предприятии) нормативными документами.

Приложение А
(обязательное)

Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости

Таблица А.1

Массовая доля селена, %	Границы абсолютной погрешности измерений ±Δ, % (P = 0,95)	Нормативы точности, %	
		Предел повторяемости r (P = 0,95)	Предел воспроизводимости R (P = 0,95)
От 0,0030 до 0,0100 включ.	0,0005	0,0008	0,0010

Библиография

[1] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[3] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 669.35:546.23:006.354

ОКС 77.120.30
77.040.30

Ключевые слова: сплав медно-фосфористый, селен, массовая доля, экстракция, фотометрический метод

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 28.04.2026. Подписано в печать 19.05.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,48.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru