МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Метод определения фосфора

ГОСТ 23859.4—79

Bronze fire-resistance.
Method for the determination of phosphorus

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок введения установлен

с 01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора при массовой доле от 0,005 до 0,02 % в жаропрочных медных сплавах.

Метод основан на образовании желтого фосфорно-ванадиево-молибденового комплекса и измерении его оптической плотности.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:2.

Смесь кислот, состоящая из 400 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 100 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 500 $см^3$ воды.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 100 $г/дм^3$.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87 и разбавленный 5:8.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75, раствор 2,5 $г/дм^3$: 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 до метки водой и перемешивают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 50 $г/дм^3$.

Для перекристаллизации 250 г молибденовокислого аммония, ч. д. а. растворяют в 400 $см^3$ воды при нагревании до 70—80 °С, добавляют аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют два

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 9—85, 7—90).

gost.e-ecolog.ru

раза через один и тот же плотный фильтр в стакан, содержащий 300 $см^3$ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают ему отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом, порциями по 20—30 $см^3$ после чего их высушивают на воздухе.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 $г/дм^3$.

Железо, восстановленное водородом.

Железо азотнокислое, раствор 1 $г/дм^3$, готовят следующим образом: 0,5 г железа, восстановленного водородом, растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:3 и разбавляют водой до 500 $см^3$.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359—87, раствор 100 $г/дм^3$: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 $см^3$ воды с добавлением 5 $дм^3$ концентрированной азотной кислоты, раствор фильтруют и разбавляют водой до 100 $см^3$.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172—76.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А. 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия или 0,4586 г двузамещенного фосфорнокислого натрия (предварительно высушенного при 105 °С до постоянной массы) помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в воде, доливают до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б. 20 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки водой. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00002 г фосфора.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2)**.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора азотнокислого железа или 1 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов, 30 $см^3$ смеси кислот для растворения, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После охлаждения добавляют 30 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и снова упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Снова охлаждают, добавляют 250 $см^3$ воды и нагревают до растворения остатка. К горячему раствору добавляют 10 $см^3$ раствора надсернокислого аммония, нагревают до кипения и кипятят до разложения избытка надсернокислого аммония. Охлаждают до 60—70 °С, ополаскивают стенки стакана водой, добавляют 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и осаждают гидроокись железа аммиаком, осторожно прибавляя его до образования растворимого аммиачного комплекса меди и сверх этого еще добавляют 5—6 $см^3$ аммиака. Смесь выдерживают в течение 1 ч при 60—70 °С для коагуляции осадка гидроокиси железа. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Осадок и стенки стакана отмывают от меди и хрома 7—8 раз горячим раствором азотнокислого аммония с добавлением 2 $см^3$ раствора аммиака на 1000 $см^3$, затем 1—2 раза горячей водой, осадок растворяют в 18 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:2), промывают 3—4 раза горячей водой, собирая раствор в стакан. Раствор упаривают до объема 15—20 $см^3$. Ополаскивают стенки стакана водой, раствор охлаждают, приливают 10 $см^3$ раствора ванадиевокислого аммония и 10 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония. После добавления каждого реагента раствор перемешивают. Смесь переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или в кювете 1 см на спектрофотометре при 400 нм. В качестве раствора сравнения используют раствор холостой пробы, проведенной через весь ход анализа с добавлением ванадиевокислого и молибденовокислого аммония.

3.2. Построение градуировочного графика

Встаканы вместимостью до 100 $см^3$ приливают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б фосфора, приливают 18 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) и далее поступают, как указано в п. 3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий фосфора.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески бронзы, г.

4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d = 0{,}002 + 0{,}04X,$$

где X — массовая доля фосфора в сплаве, %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. 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, вычисленных по формуле

$$D = 0{,}003 + 0{,}05X,$$

где X — массовая доля фосфора в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87.

4.3, 4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru