Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения фосфора

ГОСТ 1953.4—79

Tin bronze. Methods for the determination of phosphorus

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (от 0,005 % до 1,2 %) и титриметрический метод (от 0,3 % до 1,2 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 5017, ГОСТ 613 и ГОСТ 614.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1531—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА (от 0,01 % до 0,5 %)

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.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 2:3, 1:1 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 ванадиевокислого аммония растворяют в 500—700 см^3 горячей воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 20 см^3 азотной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 100 г/дм^3 (перекристаллизацию молибденовокислого аммония по ГОСТ 1953.9. Определение кремния).

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929, 3 %-ный раствор.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора готовят следующим образом: 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия или 0,4586 г двузамещенного фосфорнокислого натрия (предварительно высушенных при 105 °С до постоянной массы) помещают в мерные колбы вместимостью 250 см^3 (раствор А), 500 см^3 (раствор Б) и 1000 см^3 (раствор В), растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор А содержит 0,0004 г фосфора.

Раствор Б содержит 0,0002 г фосфора.

Раствор В содержит 0,0001 г фосфора.

2.3. Проведение анализа

2.2—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.1. Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле фосфора от 0,005 % до 0,1 % помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, добавляют 20 см^3 смеси кислот для растворения, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют сначала на холоду, а затем при нагревании до полного растворения пробы. К раствору приливают 1 см^3 перекиси водорода, нагревают до кипения и кипятят 3 мин до удаления окислов азота (не следует допускать бурного и длительного кипения раствора).

Стенки стакана и стекло ополаскивают водой, приливают 10 см^3 раствора ванадиевокислого аммония, 10 см^3 раствора молибденовокислого аммония, хорошо перемешивают, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 см или на спектрофотометре в кювете поглощающего слоя 1 см при длине волны 440 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор того же образца, только без добавления ванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см^3 стандартного раствора В фосфора и 15 см^3 смеси кислот, 1 см^3 перекиси водорода. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

Оптическую плотность раствора измеряют относительно раствора, не содержащего фосфора.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.3.3. Навеску бронзы массой 0,5 г при массовой доле фосфора свыше 0,1 % помещают в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 смеси кислот для растворения и умеренно нагревают до полного растворения. Добавляют 1 см^3 раствора перекиси водорода и осторожно кипятят 3—5 мин, избегая бурного и продолжительного кипения. Затем добавляют 10 см^3 раствора ванадиевокислого аммония, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 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 с толщиной поглощающего слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор пробы, в который не добавляют раствор молибденовокислого аммония.

2.3.4. *Построение градуировочного графика*

В десять стаканов вместимостью по 100 см^3 помещают по 0,5 г меди и в восемь из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 10 см^3 стандартного раствора Б; 8,0; 10,0 и 15,0 см^3 стандартного раствора А.

Во все стаканы добавляют по 20 см^3 смеси кислот и далее поступают, как указано в п. 2.3.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора.

По полученным данным строят градуировочный график.

2.3.3, 2.3.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески бронзы, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	*d*, %	*D*, %	Массовая доля фосфора, %	*d*, %	*D*, %
От 0,005 до 0,01 включ.	0,001	0,001	От 0,1 до 0,2 включ.	0,01	0,01
Св. 0,01 » 0,02 »	0,002	0,003	Св. 0,2 » 0,5 »	0,02	0,03
» 0,02 » 0,05 »	0,003	0,004	» 0,5 » 0,8 »	0,03	0,04
» 0,05 » 0,10 »	0,005	0,007	» 0,8 » 1,2 »	0,05	0,07

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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, указанных в таблице.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА (от 0,3 % до 1,2 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении фосфора в виде фосфоромолибдата аммония, растворении осадка в титрованном растворе щелочи и титровании избытка ее раствором кислоты.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 0,1 моль/дм^3.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Смесь кислот для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: смешивают один объем азотной кислоты и три объема соляной кислоты.

Кислота щавелевая 0,05 моль/дм^3 раствор; готовят следующим образом: 6,3034 г щавелевой кислоты, предварительно высушенной при 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в 100 см^3 воды, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 40 г/дм^3.

Калий азотистокислый по ГОСТ 4144, раствор 50 г/дм^3.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, раствор 20 г/дм^3.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Раствор молибдатного реагента; готовят следующим образом: 80 г молибденовокислого аммония растворяют на холоду в 640 см^3 воды, к которой добавлено 160 см^3 аммиака, и раствор вливают тонкой струей при постоянном перемешивании в смесь, состоящую из 720 см^3 воды и 480 см^3 концентрированной азотной кислоты, и перемешивают. Через 3—5 дней раствор отфильтровывают.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин по НД, раствор 10 г/дм^3 в этиловом спирте.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 0,1 моль/дм^3 раствор; готовят следующим образом: 4 г гидроокиси натрия помещают в стакан вместимостью 300 см^3, растворяют в прокипяченной воде, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Установка коэффициента молярности раствора гидроокиси натрия 25 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия помещают в колбу вместимостью 250 см^3. Добавляют 2—3 капли фенолфталеина, и постоянно перемешивая, титруют 0,05 моль/дм^3 раствором щавелевой кислоты до обесцвечивания раствора.

Коэффициент молярности гидроокиси натрия вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{25},$$

где V — объем 0,05 моль/дм^3 раствора щавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см^3.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Стекло ополаскивают концентрированной соляной кислотой, раствор упаривают до объема 2—3 см^3, добавляют 10 см^3 бромистоводородной кислоты и выпаривают досуха. В колбу добавляют 10 см^3 концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с концентрированной соляной кислотой повторяют 3—4 раза для полного удаления олова. К сухому остатку добавляют 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 80—100 см^3 воды и нагревают до 60—70 °С для растворения солей. Добавляют раствор марганцовокислого калия до выпадения осадка двуокиси марганца, приливают по каплям раствор азотистокислого калия до исчезновения осадка двуокиси марганца. Затем добавляют 10 г азотнокислого аммония и 30 см^3 раствора молибдатного реагента, хорошо перемешивают 3—5 мин до выпадения желтого фосфоромолибдата и оставляют стоять на ночь.

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой. Стакан и осадок на фильтре промывают раствором азотнокислого калия до исчезновения кислой реакции (проба по индикаторной бумаге) или поступают следующим образом: в пробирку помещают 1—2 см^3 фильтрата, 2—3 капли раствора фенолфталеина и каплю раствора гидроокиси натрия. Розовая окраска свидетельствует о полноте промывания осадка.

Промытый осадок переносят в колбу, в которой проводилось осаждение, растворяют в 0,1 моль/дм^3 растворе гидроокиси натрия, размельчают фильтр перемешиванием, добавляют 3—5 капель раствора фенолфталеина и оттитровывают избыток гидроокиси натрия 0,1 н. раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 \cdot K - V_2) \cdot T}{m},$$

где V_1 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, см^3;

V_2 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, см^3;

K — коэффициент нормальности раствора гидроокиси натрия;

T — титр 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, равный 0,000135 г/см^3 фосфора;

m — навеска сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. 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, указанных в таблице.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1531—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.4—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.4.4, 3.4.4	ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 5017—74	Вводная часть
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 9336—75	2.2
ГОСТ 1953.9—79	2.2	ГОСТ 9656—75	2.2
ГОСТ 2062—77	3.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 3118—77	2,2, 3.2	ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 3760—79	3.2	ГОСТ 20490—75	3.2
ГОСТ 3765—78	2.2., 3.2	ГОСТ 22180—76	3.2
ГОСТ 4144—79	3.2	ГОСТ 22867—77	3.2
ГОСТ 4198—75	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4
ГОСТ 4217—77	3.2		

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

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru