УДК 669.35'5:546.18.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

## Методы определения фосфора

ГОСТ 1652.13—77

Copper-zinc alloys.
Methods for the determination of phosphorus

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,005 до 0,1 %), экстракционно-фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,002 до 0,04 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и измерении его оптической плотности без предварительного отделения фосфора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.



gost.e-ecolog.ru

Смесь кислот для растворения готовят смешиванием 400 $см^3$ соляной кислоты, 100 $см^3$ азотной кислоты и 500 $см^3$ воды.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний ванадиевокислый (мета) по ГОСТ 9336, готовят следующим образом: 2,5 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, 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 $см^3$ горячей воды и дважды фильтруют через один и тот же фильтр. К фильтрату добавляют 250 $см^3$ этилового спирта и после отстаивания в течение 1 ч выделившиеся кристаллы отсасывают и повторяют перекристаллизацию. После второго отсасывания кристаллы промывают 2—3 раза смесью спирта с водой (5:8) и высушивают на воздухе.

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

Водорода перекись по ГОСТ 177, 30 %-ный раствор.

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,2 $моль/дм^3$ раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий фосфорнокислый однозамещенный.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный.

Раствор фосфора стандартный 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 мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ смеси для растворения. Стакан накрывают часовым стеклом. Вначале растворение производят без

нагревания, а после растворения основной массы навески — при нагревании до полного растворения пробы.

При анализе кремниевых сплавов навеску помещают в платиновую чашку и растворяют в 15 $см^3$ концентрированной азотной и 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Раствор выпаривают досуха, добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Выпаривание повторяют еще четыре раза, прибавляя каждый раз по 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Остаток растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в стакан вместимостью 250 $см^3$, ополаскивают чашку небольшим количеством воды и прибавляют 5 $см^3$ соляной кислоты. Раствор нагревают до температуры 30—40 °С, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления фиолетового окрашивания и оставляют на 5 мин. Затем раствор нагревают до кипения, кипятят 1 мин и охлаждают до 30—40 °С.

К полученному 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 во избежание потерь раствора и фосфора).

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

Измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 см на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 434 нм или в кювете с толщиной слоя 1 см на спектрофотометре при длине волны 315 нм по отношению к раствору контрольной пробы

2.3.2. *Приготовление раствора контрольной пробы*

Берут такую навеску меди высокой чистоты, чтобы содержание меди в растворе было близко к ее содержанию в пробе, и растворяют в 20 $см^3$ смеси кислот. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью по 250 $см^3$ помещают по 1 г чистой меди, приливают последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 $см^3$ стандартного раствора фосфора, прибавляют по 20 $см^3$ смеси кислот и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который не добавляли раствор фосфора.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 сплава, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ($d$ — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля фосфора | $d$, % | $D$, % |
|---|---|---|
| От 0,002 до 0,005 включ. | 0,0005 | 0,0007 |
| Св. 0,005 » 0,01 » | 0,001 | 0,0014 |
| » 0,01 » 0,03 » | 0,002 | 0,003 |
| » 0,03 » 0,06 » | 0,003 | 0,004 |
| » 0,06 » 0,1 » | 0,006 | 0,008 |

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ($D$ — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

2.4.2, 2.4.3. **(Измененная редакция, Изм, № 2, 3).**

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2.4.4.1, 2.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 3).**

## 3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ПО ЖЕЛТОЙ ФОСФОРНО-МОЛИБДЕНОВОЙ ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТЕ В СПЛАВАХ, СОДЕРЖАЩИХ МЫШЬЯК

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании фосфором желтого фосфорномолибденового комплекса при pH 1,5 экстрагируемого смесью хлороформа и н-бутилового спирта, и измерении оптической плотности экстракта.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и 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 технический по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006—78, перегнанный при 118 °С.

Хлороформ.

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

Смесь для промывания, 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.

Растворы фосфора стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,4395 г фосфорнокислого калия, высушенного при 105 °С, растворяют в мерной 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 см³ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремния и олова*

Массу навески сплава в зависимости от массовой доли фосфора (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании.

Таблица 2

| Массовая доля фосфора, % | Масса навески пробы, г |
|---|---|
| До 0,01 | 2 |
| Св. 0,01 до 0,04 | 0,4 |

После растворения пробы стенки и стекло обмывают водой, раствор кипятят до удаления окислов азота, разбавляют водой до 75 см³ и 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 см³ и разбавляют водой до 100 см³. Добавляют 6 см³ раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. 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 встряхивая 1 мин. После разделения фаз нижнюю органическую фазу переносят в другую делительную воронку.

К водной фазе снова добавляют 5 см³ смеси для экстракции и экстрагируют 1 мин. Экстракцию с 5 см³ смеси для экстракции повторяют еще раз. Последний экстракт должен быть бесцветным. 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, содержащую 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 с толщиной слоя 2 см или на спектрофотомет-

ре при длине волны 420 нм в кювете с толщиной слоя 1 см по отношению к раствору контрольной пробы.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний*

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

К сухому остатку добавляют 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют соли и раствор переводят в стакан вместимостью 250 см$^3$. Чашку ополаскивают водой несколько раз по 10 см$^3$ и раствор кипятят до удаления окислов азота, затем разбавляют водой до 75 см$^3$ и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих олово*

Навеску сплава (см. табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$, прибавляют 0,2 г хлористого натрия и растворяют в 20 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В восемь стаканов вместимостью по 250 см$^3$ вводят 0; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см$^3$ стандартного раствора Б, добавляют по 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до 75 см$^3$ и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

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

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю фосфора ($X_1$) 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 ($d$ — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

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

3.4.2, 3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   **РАЗРАБОТЧИКИ**

   **Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова** (руководитель темы), **А.И. Воробьева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 1652.13—71**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|---|
| ГОСТ 8.315—91 | 2.4.4, 3.4.4 |
| ГОСТ 177—88 | 2.2 |
| ГОСТ 1020—77 | Вводная часть |
| ГОСТ 1652.1—77 | 1.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 3765—78 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4166—76 | 3.2 |
| ГОСТ 4198—75 | 3.2 |
| ГОСТ 4233—77 | 3.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 6006—78 | 3.2 |
| ГОСТ 10484—78 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 9336—75 | 2.2 |
| ГОСТ 15527—70 | Вводная часть |
| ГОСТ 17711—93 | Вводная часть |
| ГОСТ 18300—87 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 25086—87 | 1.1, 2.4.4, 3.4.4 |
| ГОСТ 20490—75 | 2.2 |

5. **Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., декабре 1992 г. (ИУС 12—81, 2—88, 3—93)**

# СОДЕРЖАНИЕ


ГОСТ 1652.7—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения висмута . . . . . 1
ГОСТ 1652.8—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения мышьяка . . . . . 14
ГОСТ 1652.9—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения серы . . . . . 26
ГОСТ 1652.10—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения алюминия . . . . . 39
ГОСТ 1652.11—77 (ИСО 4742—84) Сплавы медно-цинковые. Методы определения никеля . . . . . 62
ГОСТ 1652.12—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения кремния . . . . . 75
ГОСТ 1652.13—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения фосфора . . . . . 83



Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 29.07.97. Подписано в печать 16.09.97.
Усл.печ.л. 5,35. Уч.-изд.л. 4,97. Тираж 183 экз. С917. Зак. 144.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов


gost.e-ecolog.ru