

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ**Метод определения фосфора**Bronze fire-resistance. Method for the determination
of phosphorus**ГОСТ****23859.4—79**

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

с 01.01. 1981 г.до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора при массовой доле от 0,005 до 0,012%.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 23859.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

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

Смесь кислот, состоящая из 400 мл концентрированной соляной кислоты, 100 мл концентрированной азотной кислоты и 500 мл воды:

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

Аммиак по ГОСТ 3760—64, 25%-ный раствор и разбавленный 1 : 50.

Аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 100 г/л.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72 и разбавленный 5 : 8.

Аммоний ванадиевоокислый мета по ГОСТ 9336—75, раствор 2,5 г/л; 2,5 г препарата растворяют в 500—700 мл горячей воды в



мерной колбе вместимостью 1 л, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 20 мл концентрированной азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—74, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 100 г/л.

Для перекристаллизации 250 г молибденовокислого аммония, ч. д. а. растворяют в 400 мл воды при нагревании до 70—80°С, добавляют аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют два раза через один и тот же плотный фильтр в стакан, содержащий 300 мл 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 мл, после чего их высушивают на воздухе.

Железо, восстановленное водородом.

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

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор 100 г/л: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 мл воды с добавлением 5 мл концентрированной азотной кислоты, раствор фильтруют и разбавляют водой до 100 мл.

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 л, растворяют в воде, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 мл, добавляют 10 мл раствора азотнокислого железа или 1 мл раствора железоаммонийных квасцов, 30 мл смеси кислот для растворения, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После охлаждения добавляют 30 мл 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 сер-

ной кислоты. Снова охлаждают, добавляют 250 мл воды и нагревают до растворения остатка. К горячему раствору добавляют 10 мл раствора надсернистого аммония, нагревают до кипения и кипятят до разложения избытка надсернистого аммония. Охлаждают до 60—70°C, ополаскивают стенки стакана водой, добавляют 10 мл 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 мл аммиака. Смесь выдерживают в течение 30 мин при 60—70°C для коагуляции осадка гидроокиси железа. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячим раствором аммиака, разбавленным 1 : 50 и растворяют в 20 мл смеси кислот, промывая фильтр горячей водой. Раствор упаривают до объема 15—20 мл. Ополаскивают стенки стакана водой, раствор охлаждают, приливают 10 мл раствора ванадиево-кислого аммония и 10 мл раствора молибденовокислого аммония. После добавления каждого реагента раствор перемешивают. Смесь переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл, 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 применяют такой же раствор, но без добавления растворов ванадиево-кислого и молибденовокислого аммония.

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью до 100 мл приливают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 мл стандартного раствора Б фосфора, приливают 20 мл смеси кислот и далее поступают, как указано в п. 3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий фосфора.

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. Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа (Y) в процентах не должны превышать значений, рассчитанных по формуле

$$Y = 0,002 + 0,04X,$$

где X — массовая доля фосфора в сплаве, %.

Изменение № 1 ГОСТ 23859.4—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения фосфора

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.85 № 1801 срок введения установлен

с 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на см³, л на дм³.

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «в жаропрочных медных сплавах по ГОСТ 24758—81».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений».

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79.

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23859.4—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: 0,012 на 0,02.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Раздел 2. Третий абзац дополнить значением: 1:2;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Аммиак водный по ГОСТ 3760—79»;

десятый абзац. Заменить значение: 100 г/дм³ на 50 г/дм³; дополнить абзацами: «Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 г/дм³»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.1. Заменить значение и слова: 30 мин на 1 ч; «Стакан и осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50,

и растворяют в 20 см³ смеси кислот, промывая фильтр горячей водой» на «Осадок и стенки стакана отмывают от меди и хрома 7—8 раз горячим раствором азотнокислого аммония с добавлением 2 см³ раствора аммиака на 1000 см³, затем 1—2 раза горячей водой, осадок растворяют в 18 см³ раствора азотной кислоты (1:2), промывают 3—4 раза горячей водой, собирая раствор в стакан»;

«В качестве раствора сравнения применяют такой же раствор, но без добавления растворов ванадиевокислого и молибденовокислого аммония» на «В качестве раствора сравнения используют раствор холостой пробы, проведенной через весь ход анализа с добавлением ванадиевокислого и молибденовокислого аммония».

Пункт 3.2 после значения 6,0 дополнить значениями: 8,0 и 10,0 см³; заменить слова: «20 см³ смеси кислот» на «18 см³ раствора азотной кислоты (1:1)».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «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, %».

раздел 4 дополнить пунктами — 4.3, 4.4: «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».

(ИУС № 7 1990 г.)