

к сборнику «Бронзы безоловянные. Методы анализа». Издание 2002 г.

В каком месте	Должно быть					
	Массовая доля фосфора, %	d, %	D, %	Массовая доля фосфора, %	d, %	D, %
ГОСТ 15027.11—77. Пункт 2.4.2. Таблица 1	От 0,001 до 0,0025	0,0004	0,001	Св. 0,05 до 0,10	0,005	0,01
	Св. 0,0025 » 0,005	0,0006	0,001	» 0,1 » 0,2	0,01	0,02
	» 0,005 » 0,010	0,001	0,002	» 0,2 » 0,5	0,02	0,05
	» 0,01 » 0,02	0,002	0,005	» 0,5 » 0,8	0,03	0,1
	» 0,02 » 0,05	0,003	0,007	» 0,8 » 1,2	0,05	0,1

(ИУС № 6 2007 г.)

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения фосфора

ГОСТ

15027.11-77

Non-tin bronze.

Methods for the determination of phosphorus

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,001 % до 1,2 %), экстракционно-фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,002 % до 0,02 %) и экстракционно-фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,001 % до 0,1 %) в безоловянных бронзах по ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1531-79 и СТ СЭВ 5008-85 в части фотометрического и экстракционно-фотометрического метода определения фосфора по желтой фосфорно-молибденовой гетерополикислоте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа – по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. I ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

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, разбавленная 1:2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:2, 2:3 и 1:5.

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор 40 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм³.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: 320 см³ концентрированной азотной кислоты и 120 см³ соляной кислоты разбавляют водой до 1000 см³.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, готовят следующим образом: 2,5 г препарата растворяют в 500–700 см³ горячей воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 20 см³ концентрированной азотной кислоты, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³.

С. 2 ГОСТ 15027.11-77

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят следующим образом: 70 г препарата растворяют в 400 см³ воды при нагревании (70—80 °С) и дважды фильтруют горячий раствор через один и тот же плотный фильтр. К раствору добавляют 250 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера, отсасывая раствор, и повторяют перекристаллизацию. После второго отсасывания кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом, разбавленным 5:8, порциями по 20—30 см³. После этого их высушивают на воздухе.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 3 %-ный раствор.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772.

Стандартные растворы фосфора; готовят следующим образом: 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия или 0,4586 г двузамещенного фосфорнокислого натрия или 0,4260 г двузамещенного фосфорнокислого аммония (предварительно высушенных при 105 °С до постоянной массы) помещают в мерные колбы вместимостью 250 см³ (раствор А) 500 см³ (раствор Б) и 1000 см³ (раствор В), растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор А содержит 0,0004 г фосфора в 1 см³.

Раствор Б содержит 0,0002 г фосфора в 1 см³.

Раствор В содержит 0,0001 г фосфора в 1 см³.

Раствор Г: 25 см³ раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Г содержит 0,000025 г фосфора в 1 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1 При массовой доле фосфора до 0,1 %

2.3.1.1. При анализе бронз с массовой долей олова и кремния до 0,05 %.

Навеску бронзы массой 2,5 г (при массовой доле фосфора от 0,001 % до 0,005 %) и 1 г (при массовой доле фосфора выше 0,005 %) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют соответственно 25 или 10 см³ раствора азотной кислоты 2:3 и растворяют сначала на холоду, а затем при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением. Добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и нагревают почти до кипения. Добавляют 2 см³ раствора перекиси водорода, раствор перемешивают до разрушения избытка марганцовокислого калия и осветления раствора. Добавляют 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония и осторожно кипятят около 1 мин до разложения перекиси водорода. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотозелектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 440 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор пробы, в который не добавляют раствор молибденовокислого аммония.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.1.2. При анализе бронз с массовой долей кремния выше 0,05 %.

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку или фторопластовый стакан, добавляют 15 см³ раствора борной кислоты, 2 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ концентрированной азотной кислоты и растворяют. После растворения выдерживают раствор 1 ч при температуре 90 °С. Раствор переносят в стеклянnyй стакан вместимостью 100 см³, ополаскивая 5 см³ воды, добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и нагревают до начала кипения.

Добавляют 2 см³ раствора перекиси водорода, раствор перемешивают до разрушения избытка марганцовокислого калия и осветления раствора. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 3, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония, кипятят 1 мин и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.1.3. При анализе бронз с массовой долей олова выше 0,05 %.

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 15 см³ смеси кислот для растворения и умеренно нагревают до полного растворения. Добавляют 1 см³ перекиси

водорода и осторожно кипятят 3—5 мин, избегая бурного и продолжительного кипения. Затем добавляют 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.1.4. Приготовление контрольного опыта.

В стакан вместимостью 100 см³ помещают 25 или 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:3, и кипятят до удаления окислов азота. Добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавляют раствор молибденовокислого аммония.

2.3.1.5. Построение градуировочных графиков при анализе бронз, содержащих до 0,05 % олова и кремния

2.3.1.5.1. При массовой доле фосфора от 0,001 % до 0,005 %

В шесть стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 2,5 г меди и в пять из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Г фосфора. Во все стаканы добавляют 25 см³ раствора азотной кислоты (2:3) и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.3.1.5.2. При массовой доле фосфора выше 0,005 %

В десять стаканов вместимостью по 100 см³ помещают по 1 г меди и в девять из них добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора В фосфора. Во все стаканы добавляют по 10 см³ раствора азотной кислоты 2:3 и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.3.1.4—2.3.1.5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.1.6. Построение градуировочного графика при анализе бронз с массовой долей кремния выше 0,05 %.

В восемь платиновых чашек или фторопластовых стаканов помещают по 1 г меди и в семь из них добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора В. Во все чашки или стаканы добавляют по 15 см³ раствора борной кислоты, по 2 см³ фтористоводородной кислоты, по 10 см³ концентрированной азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным данным строят градуировочный график.

2.3.1.7. Построение градуировочного графика при анализе бронз с массовой долей олова выше 0,05 %.

В восемь стаканов вместимостью по 100 см³ помещают по 1 г меди и в семь из них добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора В. Во все стаканы добавляют по 15 см³ смеси кислот и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным данным строят градуировочный график.

2.3.2. При массовой доле фосфора выше 0,1 %.

2.3.2.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью по 100 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот и умеренно нагревают до полного растворения. Добавляют 1 см³ раствора перекиси водорода и осторожно кипятят 3—5 мин, избегая бурного и продолжительного кипения. Затем добавляют 10 см³ раствора ванадиево-кислого аммония, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектролориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при длине волн 470 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавляют раствор молибденовокислого аммония.

2.3.2.2. Построение градуировочного графика.

В девять стаканов вместимостью по 100 см³ помещают по 0,5 г меди и в восемь из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б; 8,0; 10,0 и 15,0 см³ стандартного раствора А. Во все стаканы добавляют по 20 см³ смеси кислот и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора.

По полученным данным строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

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

m_1 — масса фосфора в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,0025	0,0004	Св. 0,050 до 0,100	0,005
Св. 0,0025 » 0,005	0,0006	» 0,10 » 0,20	0,01
» 0,005 » 0,010	0,001	» 0,20 » 0,50	0,02
» 0,010 » 0,020	0,002	» 0,50 » 0,80	0,03
» 0,020 » 0,050	0,003	» 0,80 » 1,20	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатах анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ПО СИНЕЙ ОКРАСКЕ ФОСФОРНОМОЛИБДЕНОВОЙ ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на экстрагировании комплекса фосфора с молибденовокислым аммонием при pH 1,5 н-бутиловым спиртом, восстановлении его двуххлористым оловом непосредственно в органической фазе до фосфорномолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, разбавленная 1:10 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:5 и раствор 0,05 моль/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор; готовят следующим образом: 15 г перекристаллизованного молибденовокислого аммония растворяют в 300 см³ серной кислоты, разбавленной 1:5, и отфильтровывают.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония см. п. 2.2.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Олово двуххлористое по ТУ 6-09-5393, свежеприготовленный раствор; готовят следующим образом: 4 г препарата растворяют в 100 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, 1 см³ этого раствора разбавляют 50 см³ раствора 0,05 моль/дм³ серной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172.

Спирт н-бутиловый по ГОСТ 6006, перегнанный при 118 °С.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А; готовят следующим образом: 2,29 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, высушенного при 105 °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и водой разбавляют до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для бронз, не содержащих кремний

Навеску бронзы (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2.

После растворения пробы стенки стакана и стекло обмывают водой. В стакан приливают 20 см³ раствора хлорной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления обильных белых паров и образования влажных солей и затем охлаждают. К остатку приливают 40 см³ воды, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения солей и охлаждают. Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, приливают 10 см³ хлорной кислоты, разбавленной 1:10, 5 см³ раствора молибденокислого аммония и перемешивают, затем добавляют 20 см³ н-бутилового спирта и энергично встряхивают 1 мин. После расслаивания фаз водный слой отбрасывают. В делительную воронку приливают 5 см³ раствора двуххлористого олова, вновь перемешивают в течение 30 с и после расслаивания фаз удаляют водный слой. Экстракт переносят в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³, в которую добавлено 0,2 г безводного сернокислого натрия, ополаскивают воронку н-бутиловым спиртом, переносят его в ту же мерную колбу, доливают до метки н-бутиловым спиртом и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 600—700 нм в кювете длиной 2 см или на спектрофотометре при длине волны 780 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. Для кремнистых бронз

Навеску (см. табл. 2) помещают в платиновую чашку и растворяют в смеси 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и 2 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения пробы раствор выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см³ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание досуха еще три раза, каждый раз прибавляя по 10 см³ концентрированной азотной кислоты. Растворяют соли при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и переносят раствор в стакан вместимостью 250 см³. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. Построение градиуровочного графика

В делительные воронки вместимостью 100—150 см³ переносят 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б. Растворы разбавляют водой до 20 см³, приливают по 10 см³ хлорной кислоты, разбавленной 1:10, по 5 см³ раствора молибденокислого аммония и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора и проведенный через все стадии анализа.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю сурьмы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1} ,$$

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

m_1 — масса навески, г.

С. 6 ГОСТ 15027.11-77

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

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

4. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ПО ЖЕЛТОЙ ФОСФОРНОМОЛИБДЕНОВОЙ ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТЕ

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого комплекса фосфора с молибденовокислым аммонием при pH около 1,5, экстрагируемого смесью хлороформа и н-бутилового спирта.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кристаллический фиолетовый, раствор 10 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм³.

Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят, как указано в п. 2.2.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300, разбавленный 5:8.

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

Смесь для промывки; готовят следующим образом: к 500 см³ воды прибавляют 120 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, 30 см³ раствора молибденовокислого аммония и 40 см³ н-бутилового спирта.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высущенного при 105 °C, растворяют в колбе вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Для бронзы, не содержащих кремний

В зависимости от содержания фосфора навеску бронзы (табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании.

После растворения пробы стенки стакана и стекло обмывают водой, кипятят раствор до удаления окислов азота и разбавляют водой до 75 см³. Раствор 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, остав-

Таблица 4*

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г
От 0,001 до 0,0025	2
Св. 0,0025 * 0,005	1
* 0,005 * 0,01	0,5
* 0,01 * 0,02	0,25
* 0,02 * 0,1	0,1

* Таблица 3. (Исключена, Изм. № 2).

ляют на 10 мин, затем добавляют 8 см³ и-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 встряхивают 1 мин. После разделения фаз нижнюю органическую фазу переносят в другую делительную воронку. К водной фазе вновь добавляют смесь для экстракции, проводя ее еще дважды с 5 см³ смеси. Последняя порция экстракта должна быть бесцветной. 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, в которой находится 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 длиной 2 см или на спектрофотометре при $\lambda = 420$ нм в кювете длиной 1 см по отношению к раствору контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. Для кремнистых бронз

Навеску (табл. 4) помещают в платиновую чашку и растворяют в смеси 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см³ фтористоводородной кислоты при осторожном нагревании и выпаривают досуха. Ополаскивают стенки чашки 10 см³ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание досуха еще три раза, каждый раз добавляя по 10 см³ концентрированной азотной кислоты.

К сухому остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют соли и раствор переводят в стакан вместимостью 250 см³, ополаскивая чашку водой несколько раз и раствор кипятят до удаления окислов азота, затем разбавляют водой до 75 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. Построение градуировочного графика

В десять стаканов вместимостью по 250 см³ вводят последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ раствора Б фосфора, добавляют по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до 75 см³ и далее поступают, как указано в п. 4.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю фосфора (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1} ,$$

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

m_1 — масса навески бронзы, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, проведенных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

4.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

4.4.3, 4.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614
3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.11-69
4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1531-79 и СТ СЭВ 5008-85 в части фотометрического и экстракционно-фотометрического методов определения фосфора
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 493-79	Вводная часть	ГОСТ 6006-78	3.2
ГОСТ 614-97	Вводная часть	ГОСТ 9336-75	2.2
ГОСТ 3118-77	2.2, 3.2	ГОСТ 9656-75	2.2, 3.2
ГОСТ 3760-79	2.2, 4.2	ГОСТ 10484-78	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3765-78	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 10929-76	2.2
ГОСТ 3772-74	2.2	ГОСТ 18300-87	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4166-76	3.2, 4.2	ГОСТ 20490-75	2.2
ГОСТ 4172-76	2.2, 3.2	ГОСТ 20015-88	4.2
ГОСТ 4198-75	2.2, 4.2	ГОСТ 25086-87	1.1, 2.4.4
ГОСТ 4204-77	3.2	ТУ 6-09-5393-88	3.2
ГОСТ 4461-77	2.2, 3.2, 4.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)
7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1983 г., апреле 1986 г., марте 1988 г. (ИУС 6-83, 7-86, 6-88)

к сборнику «Бронзы безоловянные. Методы анализа». Издание 2002 г.

В каком месте	Должно быть					
	Массовая доля фосфора, %	d, %	D, %	Массовая доля фосфора, %	d, %	D, %
ГОСТ 15027.11-77. Пункт 2.4.2. Таблица 1	От 0,001 до 0,0025	0,0004	0,001	Св. 0,05 до 0,10	0,005	0,01
	Св. 0,0025 » 0,005	0,0006	0,001	» 0,1 » 0,2	0,01	0,02
	» 0,005 » 0,010	0,001	0,002	» 0,2 » 0,5	0,02	0,05
	» 0,01 » 0,02	0,002	0,005	» 0,5 » 0,8	0,03	0,1
	» 0,02 » 0,05	0,003	0,007	» 0,8 » 1,2	0,05	0,1

(ИУС № 6 2007 г.)