



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

ГОСТ 6689.19—92

Издание официальное

БЗ 5—92/644

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ  
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

Методы определения фосфора

Nickel, nickel and copper-nickel alloys.  
Methods for the determination of phosphorus

ГОСТ

6689.19—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле фосфора от 0,0005 до 0,05%) и фотометрический (при массовой доле фосфора от 0,005 до 0,05%) методы определения фосфора в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

**2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на измерении оптической плотности экстракта молибдофосфата после экстракции его смесью *n*-бутилового спирта и хлороформа и восстановления молибдофосфата двуххлористым оловом до фосфорно-молибденовой сини.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор и разбавленная 1:9.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:50.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Квасцы железоммонийные по ГОСТ 4205, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, раствор фильтруют и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Кальций азотнокислый четырехводный по ГОСТ 4142, раствор 120 г/дм<sup>3</sup>: 60 г соли растворяют в 100 см<sup>3</sup>, отфильтровывают не-растворившийся остаток и разбавляют раствор водой до 500 см<sup>3</sup>.

Калия гидроксид по ГОСТ 9285, раствор 30 и 100 г/дм<sup>3</sup>.

Промывной раствор: к 1 дм<sup>3</sup> раствора гидроксида калия (30 г/дм<sup>3</sup>) прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого кальция, энергично перемешивают, выдерживают 2 ч, добавляют еще 8 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого кальция и перемешивают. Спустя 20 мин фильтруют раствор через двойной фильтр средней плотности.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>. Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят по ГОСТ 6689.7.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36, свежеприготовленный раствор 40 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте (1:9).

Олово двуххлористое, разбавленный раствор: 1 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова (40 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте (1:9)) разбавляют 50 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты. Раствор готовят перед применением.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

*n*-Бутиловый спирт по ГОСТ 6006.

Экстракционная смесь: три части хлороформа смешивают с одной частью *n*-бутилового спирта.

Промывная жидкость для промывки экстракта: к 80 см<sup>3</sup> воды добавляют 10 см<sup>3</sup> 57%-ного раствора хлорной кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки хлорной кислотой (1:9).

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

### 2.3. Проведение анализа

#### 2.3.1. Для сплавов, не содержащих хром и вольфрам

С. 3 ГОСТ 6689.19—92

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку, добавляют 20—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 1—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,002 включ.	2
Св. 0,002 » 0,005 »	1
» 0,005 » 0,01 »	0,5
» 0,01 » 0,05 »	0,2

Стенки чашки ополаскивают водой, раствор выпаривают досуха, к сухому остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и снова выпаривают досуха.

К сухому остатку добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, ополаскивают чашку 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и небольшим количеством воды.

Для сплавов, содержащих марганец, в горячий раствор добавляют по каплям при перемешивании раствор азотистокислого натрия до растворения выпавшей двуокиси марганца. К раствору прибавляют 10 см<sup>3</sup> 57%-ной хлорной кислоты, выпаривают до прекращения выделения густого белого дыма и охлаждают.

К остатку добавляют 30 см<sup>3</sup> воды, стакан накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой, нагревают до растворения солей (если соли полностью не растворяются, добавляют по каплям при перемешивании 57%-ную хлорную кислоту, кипятят 2 мин и охлаждают).

Полученный раствор помещают в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, ополаскивают стекло или пластинку и стакан 5 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (1:9), добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и выдерживают 10 мин до образования молибдофосфата.

Добавляют 5 см<sup>3</sup> *n*-бутилового спирта, энергично встряхивают для насыщения водного раствора *n*-бутиловым спиртом, добавляют 10 см<sup>3</sup> экстракционной смеси, осторожно перемешивают в течение 1 мин, переворачивая воронку 20—25 раз и дают жидкостям расслоиться. Органический слой помещают во вторую делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, а к водному слою добавляют 10 см<sup>3</sup> экстракционной смеси и повторяют экстракцию. Экстракты объединяют во второй делительной воронке и промывают промывной жидкостью. После расслоения помещают органический слой в сухой стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, ополаскивают

воронку 4—5 см<sup>3</sup> экстракционной смеси. Нагревают раствор на водяной бане до полного удаления хлороформа, после охлаждения раствор помещают в делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> *n*-бутилового спирта и перемешивают. В воронку добавляют 5 см<sup>3</sup> разбавленного раствора двухлористого олова, энергично перемешивают в течение 30 с и после расслаивания фаз удаляют водный слой, а органический слой переносят в сухую мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, в которую предварительно помещают 0,2—0,3 г сернокислого натрия или фильтруют через сухой фильтр, ополаскивают делительную воронку *n*-бутиловым спиртом, прибавляя его в ту же колбу, доливают до метки *n*-бутиловым спиртом и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см или на спектрофотометре при 780 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

Содержание фосфора находят по первому градуировочному графику.

### 2.3.2. Для сплавов, содержащих вольфрам

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в стакан 250—300 см<sup>3</sup>, добавляют 40—60 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, раствор упаривают до сиропообразного состояния, добавляют 10 см<sup>3</sup> воды и раствор с осадком вольфрамовой кислоты выдерживают на горячей бане 5—10 мин. Осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр, стакан и осадок промывают 4—5 раз горячим раствором азотной кислоты (1:100). Фильтрат и промывной раствор собирают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и сохраняют, а остаток смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором проводили растворение сплава, растворяют в 70—75 см<sup>3</sup> кипящего раствора гидроксида калия (100 г/дм<sup>3</sup>) и фильтр промывают горячей водой.

Раствор кипятят, разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup> и охлаждают до комнатной температуры. Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого кальция, энергично перемешивают и оставляют на 2 ч. Добавляют еще 2 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого кальция и спустя 20 мин отфильтровывают осадок на плотный фильтр. Стакан, в котором проводили осаждение, и осадок на фильтре промывают 8—10 раз промывным раствором. Осадок на фильтре растворяют в 30 см<sup>3</sup> горячей азотной кислоты (1:1) в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают 2—3 раза горячей азотной кислотой (1:100) и водой.

Раствор упаривают до 20—25 см<sup>3</sup>, присоединяют к фильтрату, полученному после отделения вольфрамовой кислоты, и упаривают до 20—25 см<sup>3</sup>. После охлаждения к раствору добавляют 10 см<sup>3</sup> 57%-ной хлорной кислоты и упаривают до прекращения выделения густого белого дыма. Остаток охлаждают, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> 57%-ной хлорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой, нагревают до растворения солей и кипятят 2 мин. После охлаждения раствор помещают в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, стакан ополаскивают 5 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (1:9) и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

### 2.3.3. Для сплавов, содержащих хром

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку, добавляют 20—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 1—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем раствор выпаривают досуха, остаток охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и снова выпаривают досуха. Эту операцию повторяют еще три раза. К сухому остатку добавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и нагревают до растворения солей. Раствор помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, ополаскивают чашку 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и водой. К полученному раствору добавляют 15—20 см<sup>3</sup> 57%-ной хлорной кислоты, упаривают до прекращения выделения густого белого дыма и охлаждают. К остатку добавляют 30 см<sup>3</sup> воды, стакан накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой, нагревают до растворения солей (если соли полностью не растворяются, добавляют по каплям при перемешивании 57%-ную хлорную кислоту и кипятят 2 мин). После охлаждения раствор разбавляют водой до 150—180 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора железоммонийных квасцов, нагревают до 60—70°C и осаждают гидроокись железа аммиаком, осторожно прибавляя последний до образования растворимого аммиачного комплекса никеля и сверх этого еще 5—6 см<sup>3</sup> в избыток.

Раствор выдерживают 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 (1:50) и растворяют осадок на фильтре в 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1:1) в стакан, в котором проводилось осаждение, промывая фильтр 5—7 раз горячей водой. Осаждение, фильтрование и промывание осадка повторяют еще раз. Осадок гидроокиси железа на фильтре растворяют в 35 см<sup>3</sup> горячей хлорной кислоты, разбавленной 1:9, в стакан, в котором производилось осаждение, и фильтр промывают 5—7 раз горячей водой. Полученный раствор упаривают до 25—30 см<sup>3</sup>, после охлаждения помещают в делительную воронку.

ку вместимостью 150 см<sup>3</sup> и ополаскивают стакан водой так, чтобы общий объем раствора был 35 см<sup>3</sup>. Добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, выдерживают 10 мин для образования молибдофосфата и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

Содержание фосфора находят по второму градуировочному графику.

#### 2.3.4 Построение градуировочных графиков

##### 2.3.4.1 Построение первого градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 150 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б фосфора, разбавляют хлорной кислотой (1:9) до 35 см<sup>3</sup>, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

##### 2.3.4.2 Построение второго градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, добавляют по 10 см<sup>3</sup> 57%-ной хлорной кислоты, разбавляют водой до 150—180 см<sup>3</sup>, добавляют по 1 см<sup>3</sup> раствора железоммонийных квасцов, нагревают до 60—70°C, осаждают гидроксид железа аммиаком и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.3.

#### 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, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %	
	$d$	$D$
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,001 » 0,005 »	0,0005	0,0007
» 0,005 » 0,01 »	0,001	0,001
» 0,01 » 0,05 »	0,002	0,008

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

#### 3.1. Сущность метода

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

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3318.

Смесь кислот для растворения: смешивают 120 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 320 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и 560 см<sup>3</sup> воды.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 18704, раствор 40 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, раствор 2,5 г/дм<sup>3</sup>: 2,5 г растворяют в 500—700 см<sup>3</sup> горячей воды в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, свежеприготовленный раствор 100 г/дм<sup>3</sup>. Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят, как указано в п. 3.2 ГОСТ 6689.7.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

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

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартный раствор фосфора: 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия или 0,4586 г двузамещенного фосфорнокислого натрия (предварительно высушенных при 105°C до постоян-



ной массы) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г фосфора.

### 3.3. Проведение анализа

#### 3.3.1. Для сплавов с массовой долей олова и кремния менее 0,05%

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (2:3). После растворения раствор кипятят 1 мин для удаления оксидов азота. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и нагревают почти до кипения. Добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода и перемешивают раствор до разрушения избытка марганцовокислого калия и просветления раствора. Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора ванадиевокислого аммония и осторожно кипятят 1 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавлен раствор молибденовокислого аммония. Из полученного значения оптической плотности вычисляют значение оптической плотности контрольного опыта.

Раствор контрольного опыта приготавливают следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (2:3) помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и кипятят раствор 1 мин для удаления оксидов азота. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и далее поступают, как указано выше. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавлен раствор молибденовокислого аммония.

#### 3.3.2. Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку или фторопластовый стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в смеси 15 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и 10 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. После растворения раствор выдерживают 1 ч при температуре 90°C. Раствор переносят в стеклянный стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, ополаскивают чашку или стакан 5 см<sup>3</sup> воды, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и нагревают до начала кипения, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода и перемешивают до разрушения избытка марганцовокислого калия и просветления раствора. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 3, добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> раствора ванадиевокислого аммония и кипятят 1 мин. Далее анализ проводят, как

## С. 9 ГОСТ 6689.19—92

указано в п. 3.3.1. Раствор сравнения и раствор контрольного опыта приготавливают, как указано в п. 3.3.1.

### 3.3.3. Для сплавов, с массовой долей олова выше 0,05%

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют точно 15 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения и растворяют при умеренном нагревании. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода и осторожно кипятят 3—5 мин, избегая бурного и продолжительного кипения. Затем в раствор добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора ванадиевокислого аммония, охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, разбавляют водой до метки и перемешивают. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. Раствор сравнения и раствор контрольного опыта приготавливают, как указано в п. 3.3.1.

### 3.3.4. Построение градуировочного графика для сплавов с массовой долей олова и кремния менее 0,05%

В восемь стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 1 г меди, а в семь из них добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфора.

Во все стаканы добавляют по 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (2:3) и далее поступают, как указано в п. 3.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным данным строят градуировочный график.

### 3.3.5. Построение градуировочного графика для сплавов с массовой долей кремния выше 0,05%

В восемь платиновых чашек или фторопластовых стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 1 г меди, а в семь из них добавляют 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфора. Во все стаканы добавляют по 15 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, по 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и по 10 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, далее поступают, как указано в п. 3.3.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора.

По полученным данным строят градуировочный график.

### 3.3.6. Построение градуировочного графика для сплавов с массовой долей олова выше 0,05%

В восемь стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 1 г меди, а в семь из них помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфора. Во все стаканы помещают по 15,0 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения, далее поступают, как указано в п. 3.3.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. По полученным данным строят градуировочный график.

## 3.4. Обработка результатов

3.4.1. 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 сплава, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений  $d$  (показатель сходимости) и результатов двух анализов  $D$  (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных экстракционно-фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова, И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Комитета по стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92  
№ 167

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.19—80

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

С. II ГОСТ 6689.19—92

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315-91	2.4.3; 3.4.3
ГОСТ 36-78	2.2
ГОСТ 492-73	Вводная часть
ГОСТ 3118-77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760-79	2.2; 3.2
ГОСТ 3765-78	3.2
ГОСТ 4142-77	2.2
ГОСТ 4166-78	2.2
ГОСТ 4172-76	3.2
ГОСТ 4197-74	2.2
ГОСТ 4198-75	2.2, 3.2
ГОСТ 4204-77	2.2
ГОСТ 4205-77	2.2
ГОСТ 4461-77	2.2; 3.2
ГОСТ 6006-78	2.2
ГОСТ 6689.1-92	Разд. 1
ГОСТ 6689.7-92	2.2; 3.2
ГОСТ 9285-78	2.2
ГОСТ 9336-75	3.2
ГОСТ 10484-78	2.2; 3.2
ГОСТ 10929-76	3.2
ГОСТ 18300-87	2.2, 3.2
ГОСТ 18704-78	3.2
ГОСТ 19241-80	Вводная часть
ГОСТ 20015-74	2.2
ГОСТ 20490-75	3.2
ГОСТ 25086-87	Разд. 1, 2.4.3, 3.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*  
 Технический редактор *О. Н. Никитина*  
 Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в наб. 29.06.92. Подп. в печ. 19.08.92. Усл. п. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 0,78. Уч. над. л. 0,74.  
 Тир. 689 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Нововоронежский пер., 3  
 Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1325