МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

## Метод определения фосфора

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.7—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.7—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Общие требования . . . . . 1
4 Фотометрический метод определения фосфора . . . . . 1

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

## Метод определения фосфора

Melted welding fluxes.
Method of phosphorus determination

**Дата введения 2000—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора при содержании от 0,01 до 0,2 %.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы разложения флюсов
ГОСТ 22974.2—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы определения оксида кремния

## 3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

## 4 Фотометрический метод определения фосфора

4.1 **Сущность метода**

Метод основан на образовании фосфорно-молибденового комплекса с последующим восстановлением его в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина или тиомочевины до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Интенсивность окраски измеряют на спектрофотометре при длине волны 620—700 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром.

**Издание официальное**

4.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, плотностью 1,105 г/см$^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный по ГОСТ 22974.2, раствор массовой концентрации 0,05 г/см$^3$.

Железо (III) азотнокислое 9-водное, раствор массовой концентрации 0,01 г/см$^3$.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 0,005 г/см$^3$.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор: 4,5 г сернокислой меди помещают в колбу вместимостью 3000 см$^3$ и растворяют в 500 см$^3$ горячей воды.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,01 г/см$^3$.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации 0,2 г/см$^3$.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор: 170 г тиомочевины помещают в колбу вместимостью 3000 см$^3$ и растворяют в 2000 см$^3$ горячей воды.

Смесь восстановительная: раствор тиомочевины тонкой струей приливают в раствор сернокислой меди и перемешивают. Смесь оставляют на двое суток. Образовавшийся осадок отфильтровывают через три фильтра. Прозрачную восстановительную смесь используют для определения фосфора.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, стандартные растворы.

Раствор А: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного над серной кислотой до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, растворяют в воде и разбавляют водой до метки. Раствор имеет массовую концентрацию фосфора 0,0001 г/см$^3$.

Раствор Б: 10 см$^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор имеет массовую концентрацию фосфора 0,00001 г/см$^3$.

4.3 **Проведение анализа**

4.3.1 Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновый тигель с крышкой, смешивают с 5 г углекислого натрия безводного и сплавляют при температуре 950—1000 °С в течение 20—30 мин. Плав выливают на полированную пластинку из нержавеющей стали. Тигель, крышку и плав помещают в стакан вместимостью 200—300 см$^3$, приливают 100 см$^3$ горячей воды, нагревают до 90 °С и выдерживают при этой температуре около 1 ч. По выщелачивании плава тигель и крышку над стаканом обмывают горячей водой. Раствор отфильтровывают на фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, промывают 5—6 раз горячим раствором углекислого натрия массовой концентрации 0,01 г/см$^3$. Раствор в колбе охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают (осадок отбрасывают).

4.3.1.1 При восстановлении фосфорно-молибденовой гетерополикислоты ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина: 25 см$^3$ фильтрата отбирают в коническую колбу вместимостью 150—200 см$^3$, приливают 3 см$^3$ раствора азотнокислого железа массовой концентрации 0,01 г/см$^3$ и полностью растворяют выпавшие гидроксиды металлов, прибавляя небольшими порциями соляную кислоту плотностью 1,105 г/см$^3$, прибавляют 10 см$^3$ раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают до кипения. Раствор должен быть бесцветным.

Если раствор сохраняет желтую окраску, добавляют 1—2 капли раствора аммиака. При появлении мути ее растворяют добавлением 1—2 капель соляной кислоты плотностью 1,105 г/см$^3$.

Колбу с раствором охлаждают, приливают 10 см$^3$ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см$^3$. Затем по каплям, при непрерывном перемешивании, приливают 8 см$^3$ раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают в течение 1—2 мин до появления голубой окраски, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 620—700 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

4.3.1.2 При восстановлении фосфорно-молибденовой гетерополикислоты тиомочевиной: 25 см$^3$ фильтрата отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, прибавляют воды до 50 см$^3$, приливают 3 см$^3$ раствора азотнокислого железа массовой концентрации 0,01 г/см$^3$ и полностью растворяют выпавшие гидроксиды металлов, прибавляя небольшими порциями соляную кислоту плотностью 1,105 г/см$^3$. После приливания раствора соляной кислоты раствор становится прозрач-

ным, но сохраняет бурую окраску и через 10—15 мин светлеет. После этого приливают 10 см$^3$ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см$^3$ в избыток. Прибавляют 10 см$^3$ восстановительной смеси, дают постоять до полного обесцвечивания раствора. Затем по каплям, при непрерывном перемешивании, приливают 5 см$^3$ молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают 1—2 мин до появления голубой окраски, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 620—700 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

Массу фосфора находят по градуировочному графику.

4.3.2 Для флюсов, не содержащих оксида титана (IV)

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 аликвотную часть раствора 25 см$^3$ помещают в коническую колбу вместимостью 100—150 см$^3$, приливают 10 см$^3$ раствора марганцовокислого калия (если разложение флюса производилось сплавлением) для разрушения желатина. Раствор кипятят до обесцвечивания марганцовокислого калия, прибавляют 3 см$^3$ раствора азотнокислого железа массовой концентрации 0,01 г/см$^3$, аммиак по каплям до выпадения гидроксидов металлов и растворяют 1—2 каплями соляной кислоты плотностью 1,105 г/см$^3$. Далее — по 4.3.1.1 или 4.3.1.2.

4.4 **Построение градуировочного графика**

В десять мерных колб вместимостью 100 см$^3$ вносят 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0; 24,0; 28,0 и 32,0 см$^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00016; 0,00020; 0,00024; 0,00028 и 0,00032 г фосфора. В одиннадцатую колбу вносят 20 см$^3$ воды. Прибавляют 3 см$^3$ раствора азотнокислого железа массовой концентрации 0,01 г/см$^3$, нейтрализуют аммиаком до начала выделения гидроксида железа, который растворяют, добавляя каплями соляную кислоту плотностью 1,105 г/см$^3$, и далее — по 4.3.1.1 или 4.3.1.2. Раствором сравнения служит раствор в одиннадцатой колбе, не содержащий стандартного раствора фосфора.

4.5 **Обработка результатов**

4.5.1 Массовую долю фосфора $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

$m_1$ — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

| Массовая доля фосфора | Δ | Допускаемое расхождение | | | δ |
|---|---|---|---|---|---|
| | | $d_k$ | $d_2$ | $d_3$ | |
| От 0,01 до 0,02 включ. | 0,004 | 0,005 | 0,004 | 0,005 | 0,002 |
| Св. 0,02 » 0,05 » | 0,006 | 0,007 | 0,006 | 0,007 | 0,004 |
| » 0,05 » 0,10 » | 0,008 | 0,010 | 0,008 | 0,011 | 0,005 |
| » 0,10 » 0,20 » | 0,011 | 0,011 | 0,011 | 0,014 | 0,007 |

УДК 621 791.048 : 006 354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: фосфор, флюс, раствор, фотометрический метод определения, массовая частица, кислота, нормы точности

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Л А Кузнецова*
Корректор *В С Черная*
Компьютерная верстка *Л А Круговой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 06 07 99 Подписано в печать 13 09 99 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,53
Тираж 231 экз С3531 Зак 681

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru