УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения фосфора

Melted welding fluxes.
Method of phosphorus determination

ГОСТ 22974.7—85

Взамен
ГОСТ 22974.6—78

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4475 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,010 до 0,20 %).

Сущность метода состоит в 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.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22974.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и с плотностью 1,105 г/см^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный по ГОСТ 22974.2—85, раствор с массовой концентрацией 0,05 г/см³.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111—74, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 0,005 г/см³.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор: 4,5 г сернокислой меди помещают в колбу вместимостью 3000 см³ и растворяют в 500 см³ горячей воды.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 и раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 0,2 г/см³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор: 170 г тиомочевины помещают в колбу вместимостью 3000 см³ и растворяют в 2000 см³ 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—75, стандартный раствор.

Раствор А: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного над серной кислотой до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде и разбавляют водой до метки. Раствор с массовой концентрацией фосфора 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 10 см³ раствор А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор с массовой концентрацией фосфора 0,00001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновый тигель с крышкой, смешивают с 5 г безводного углекислого натрия 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 см³, приливают 100 см³ 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 см³, промывают 5—6 раз горячим

раствором углекислого натрия с массовой концентрацией 0,01 г/см³. Раствор в колбе охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают (осадок отбрасывают).

3.1.1. При восстановлении фосфорно-молибденовой гетерополикислоты ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина.

25 см фильтрата отбирают в коническую колбу вместимостью 150—200 см³, приливают 3 см³ раствора азотнокислого железа с массовой концентрацией 0,01 г/см³ и полностью растворяют выпавшие гидроокиси металлов, прибавляя небольшими порциями соляную кислоту плотностью 1,105 г/см³, прибавляют 10 см³ 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/см³.

Колбу с раствором охлаждают, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³. Затем по каплям, при непрерывном перемешивании, приливают 8 см³ раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают в течение 1—2 мин до появления голубой окраски, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 с толщиной слоя 50 мм.

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

3.1.2. При восстановлении фосфорно-молибденовой гетерополикислоты тиомочевиной.

25 см³ фильтрата отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют воду до 50 см³, приливают 3 см³ раствора азотнокислого железа с массовой концентрацией 0,01 г/см³ и полностью растворяют выпавшие гидроокиси металлов, прибавляя небольшими порциями соляную кислоту плотностью 1,105 г/см³. После приливания раствора соляной кислоты раствор становится прозрачным, но сохраняет бурую окраску и через 10—15 мин светлеет. После этого приливают 10 см³ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ в избыток. Прибавляют 10 см³ восстановительной смеси, дают постоять до полного обесцвечивания раствора. Затем по каплям, при непрерывном перемешивании, приливают 5 см³ 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 фото-

электроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

Массу фосфора находят по градуировочному графику.

3.2. Для флюсов, не содержащих оксида титана (IV)

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 аликвотную часть раствора 25 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 100—150 см³, приливают 10 см³ раствора марганцовокислого калия (если разложение флюса производилось сплавлением) для разрушения желатина. Раствор кипятят до обесцвечивания марганцовокислого калия, прибавляют 3 см³ раствора азотнокислого железа с массовой концентрацией 0,01 г/см³, аммиак по каплям до выпадения гидроокисей металлов и растворяют 1—2 каплями соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³. Далее анализ проводят по пп. 3.1.1 или 3.1.2.

3.3. Построение градуировочного графика

В десять мерных колб вместимостью по 100 см³ вносят 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0; 24,0; 28,0 и 32,0 см³ 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 см³ воды. Прибавляют 3 см³ раствора азотнокислого железа с массовой концентрацией 0,01 г/см³, нейтрализуют аммиаком до начала выделения гидроокиси железа, которую растворяют, добавляя каплями соляную кислоту плотностью 1,105 г/см³ и далее по пп. 3.1.1 или 3.1.2. Раствором сравнения служит раствор в одиннадцатой колбе, не содержащий стандартного раствора фосфора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,010 до 0,020 включ.	0,005
Св. 0,020 » 0,040 »	0,008
» 0,040 » 0,100 »	0,010
» 0,100 » 0,200 »	0,020

gost.e-ecolog.ru