

ГОСТ 16992-78

Группа Л14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
ЦИНК ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ОДНОЗАМЕЩЕННЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
MONOBASIC ZINC PHOSPHATE. SPECIFICATIONS

ОКП 21 4817 0100

Дата введения 1979-07-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

И.Б.Мойжес, Е.А.Фомина, М.В.Кузьменко, Г.Д.Иванова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 12.05.78 N 1270

Изменение N 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 6 от 21.10.94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 16992-71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта

ГОСТ 12.1.007-76	1а.2
ГОСТ 12.3.008-75	1а.2; 1а.3
ГОСТ 1770-74	3.4.1; 3.5.1
ГОСТ 3760-79	3.4.1; 3.5.1
ГОСТ 3765-78	3.5.1
ГОСТ 3773-72	3.4.1
ГОСТ 4198-75	3.5.1
ГОСТ 4233-77	3.4.1
ГОСТ 4461-77	3.4.1; 3.5.1
ГОСТ 6709-72	3.4.1; 3.5.1
ГОСТ 7328-82	3.4.1
ГОСТ 9336-75	3.5.1
ГОСТ 9338-80	4.1
ГОСТ 9557-87	4.4
ГОСТ 10354-82	4.1
ГОСТ 10398-76	3.4.1
ГОСТ 10652-73	3.4.1
ГОСТ 13950-91	4.1
ГОСТ 14192-96	4.2
ГОСТ 17065-94	4.1
ГОСТ 17811-78	4.1
ГОСТ 19433-88	4.2
ГОСТ 21650-76	4.4
ГОСТ 24104-88	3.4.1; 3.5.1
ГОСТ 24597-81	4.4
ГОСТ 28498-90	3.5.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу N 3-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в сентябре 1983 г., декабре 1988 г., ноябре 1996 г. (ИУС 1-84, 4-89, 2-97)

Настоящий стандарт распространяется на однозамещенный фосфорнокислый цинк, применяемый при фосфатировании металлической поверхности для защиты от коррозии, для уменьшения трения, для образования грунта перед лакокрасочным покрытием.

Формула: $Zn (H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) - 295,381.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Однозамещенный фосфорнокислый цинк должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям однозамещенный фосфорнокислый цинк должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
-------------------------	-------

1. Внешний вид и цвет	Кристаллы белого или серого цвета
2. Массовая доля цинка, %, не менее	20,2
3. Массовая доля общего оксида фосфора (V), %, не менее	47,5
4. Массовая доля свободной фосфорной кислоты в пересчете на P_2O_5 , %, не более	5,0

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Однозамещенный фосфорнокислый цинк не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.

Представляет собой кислую соль цинка и ортофосфорной кислоты, хорошо растворимую в воде.

При систематическом воздействии на кожу может вызвать раздражение кожных покровов, слизистых оболочек глаз, верхних дыхательных путей.

1а.2. При применении однозамещенного фосфорнокислого цинка для фосфатирования требования безопасности и основные требования к контролю устанавливаются в соответствии с ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.3.008 и правилами по технике безопасности при травлении металлов и нанесении на них гальванических и химических покрытий, утвержденными в установленном порядке.

1а.3. Средства индивидуальной защиты работающих, применяемые при производстве покрытий, должны соответствовать типовым отраслевым нормам, утвержденным в установленном порядке, и ГОСТ 12.3.008.

Раздел 1а. (Введен дополнительно, Изм. N 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Однозамещенный фосфорнокислый цинк принимают партиями. Партией считают количество однородного по своим показателям качества продукта, сопровождаемого одним документом о качестве, массой не более 65 т.

Документ должен содержать:

наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;

наименование продукта;

номер партии;

массу брутто;

массу нетто;

дату выпуска;

результаты проведенных анализов;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.2. Для контроля качества однозамещенного фосфорнокислого цинка отбирают 10% упаковочных единиц, но не менее трех единиц при малых партиях.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ удвоенного количества упаковочных единиц, взятых от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы отбирают щупом, погружая его на $\frac{3}{4}$ глубины единиц упаковки.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

3.2. Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают, сокращают квартованием до получения объединенной пробы массой около 0,5 кг и помещают в чистую сухую банку, плотно закрываемую пробкой. На банку наклеивают этикетку с обозначениями наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы, фамилии пробоотборщика.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.3. Внешний вид продукта определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли цинка

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, а также весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104*.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 24104-2001, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Гири по ГОСТ 7328*, класс 2.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 7328-2001. - Примечание изготовителя базы данных.

Универсальный иономер типа ЭВ-74 с погрешностью измерения не более 0,05 pH.

Допускается применение других pH-метров с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы 1, 2-250-2; 1, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 25, 100 см³.

Бюретки вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Цилиндры 1, 3-25 по ГОСТ 1770.

Мензурки 250, 500 по ГОСТ 1770.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Цинк металлический гранулированный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,36 г/см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Раствор аммиачный буферный pH 9,5-10; готовят следующим образом: 50 г хлористого аммония взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 200 см³ воды, 170 см³ аммиака и объем раствора доводят водой до 1000 см³; pH раствора устанавливают на pH-метре.

Эриохром черный Т, индикаторная смесь; готовят следующим образом: растирают индикатор эриохром черный Т с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Кислотный хромсиний К, индикаторная смесь; готовят следующим образом: растирают индикатор кислотный хромсиний К с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c (трилон Б)=0,1 моль/дм³; готовят и устанавливают коэффициент молярности по ГОСТ 10398.

(Измененная редакция, Изм. N 2,

3).

3.4.2. Подготовка к анализу

3.4.2.1. Приготовление анализируемого раствора

0,5 г однозамещенного фосфорнокислого цинка взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 200 см³ воды (если навеска плохо растворяется, добавляют несколько капель азотной кислоты). Объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор применяют для определения массовой доли цинка и массовой доли общего оксида фосфора (V).

3.4.3. Проведение анализа

100 см³ раствора, приготовленного по п. 3.4.2.1, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 10 см³ буферного раствора, шпателем приблизительно 0,1 г индикаторной смеси эриохром черного Т или кислотного хромсинего К и полученный раствор титруют раствором трилона Б до перехода окраски из фиолетовой в синюю.

3.4.4. Обработка результатов

Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,003269 \cdot 250 \cdot 100}{100 \cdot m},$$

где V - объем раствора концентрации c (трилон Б)=0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K - коэффициент молярности раствора концентрации c (трилон Б)=0,025 моль/дм³;

0,003269 - масса цинка, соответствующая 1 см^3 точно раствора концентрации C (трилон Б)=0,025 моль/дм³, г; m - масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,15% при доверительной вероятности

$P = 0,95$.

3.5. Определение массовой доли общего оксида фосфора (V)

3.5.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104. Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Термометры для измерения температуры от 0 до 150 °С по ГОСТ 28498.

Колбы 1, 2-100-2; 1, 2-250-2; 1, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Мензурки 250, 500 по ГОСТ 1770.

Бюретки вместимостью 25 и 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Пипетки вместимостью 5 и 25 см³.

Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 по НТД или спектрофотометр типа СФ-4А. Допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151 или другой с аналогичными метрологическими характеристиками.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,36 г/см³ (NO_2 удаляют кипячением) и раствор 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч., высушенный при $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Реактив молибденово-ванадиевый; готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака, и растворяют в 500 см³ воды, нагретой до 50-60 °С, охлаждают и фильтруют (раствор А).

1,5 г ванадиевокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака, и растворяют в 250 см³ воды, нагретой до 50-60 °С (если при этом раствор желтеет, необходимо добавить несколько капель аммиака). Раствор охлаждают, фильтруют и прибавляют 250 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:3 (раствор Б).

Раствор А вливают при перемешивании в раствор Б, после чего добавляют к раствору 350 см³ азотной кислоты плотностью 1,36 г/см³ и перемешивают. Раствор устойчив в течение длительного времени.

Раствор сравнения; готовят следующим образом: 0,4794 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного при (100 ± 5) °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки водой. 1 см³ приготовленного раствора содержит 0,25

мг P₂O₅.

3.4.2.1-3.5.1. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.5.2. Подготовка к анализу

3.5.2.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию растворов сравнения: в мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая с помощью откалиброванной бюретки вносят 10, 14, 18, ..., 30 см³ раствора сравнения, что соответствует 2,5; 3,5; 4,5; ...; 7,5 мг P₂O₅.

В каждую колбу прибавляют приблизительно до 70 см³ воды и 25 см³ молибденованадиевого реактива. Затем доводят объем растворов до метки, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность образцов относительно раствора сравнения, содержащего 2,5 мг P₂O₅ и 25 см³ молибденованадиевого реактива. Измерения проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

При работе на фотоэлектроколориметре измерения проводят при длине волны (440 ± 10) нм, при работе на спектрофотометре - при длине волны 450 нм.

По полученным данным значений оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащуюся в образцах для градуировки массу P₂O₅ в миллиграммах, по оси ординат - соответствующие ей значения оптических плотностей.

Градуировочный график проверяют ежедневно по трем основным точкам.

3.5.3. Проведение анализа

5 см³ раствора, приготовленного по п.3.4.2.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют воды приблизительно до 70 см³ и 25 см³ молибденованадиевого реактива. Доводят объем раствора до метки водой, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора по п.3.5.2 в условиях построения градуировочного графика относительно раствора сравнения, содержащего 2,5 мг P₂O₅, приготовленного одновременно с анализируемым раствором.

Массу P₂O₅ в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику

у.

3.5.4. Обработка результатов

Массовую долю общего оксида фосфора (V) (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot m_1},$$

где m - масса P₂O₅ в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m_1 - масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3% при доверительной вероятности $P = 0,95$.
3.5.2.1-3.5.4. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.6. Определение массовой доли свободной фосфорной кислоты в пересчете на P_2O_5 .

3.6.1. Обработка результатов

Массовую долю свободной фосфорной кислоты в пересчете на P_2O_5 (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X_1 - X \cdot 2,1719,$$

где X_1 - массовая доля общего оксида фосфора (V), определяемая по п.3.5, %;

X - массовая доля цинка, определяемая по п.3.4, %;

2,1719 - коэффициент пересчета массы Zn на P_2O_5 .

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Однозамещенный фосфорнокислый цинк упаковывают в фанерные барабаны ФБ 3 1В или ФБ 3 1Г по ГОСТ 9338 с полиэтиленовым мешком-вкладышем или в фанерно-штампованные бочки по действующей нормативно-технической документации с полиэтиленовым мешком-вкладышем, или в картонные навивные барабаны БКНН-50 по ГОСТ 17065 с полиэтиленовым мешком-вкладышем, или в двойные мешки М10-0,220 по ГОСТ 17811, или в полиэтиленовый мешок М10-0,220 по ГОСТ 17811 с полиэтиленовым мешком-вкладышем.

Полиэтиленовые мешки-вкладыши изготовляют из пленки марки М по ГОСТ 10354.

Полиэтиленовые мешки заваривают или завязывают шпагатом.

Масса нетто барабана или бочки должна быть 30-60 кг.

Масса нетто полиэтиленового мешка должна быть не более 50 кг.

По согласованию между изготовителем и потребителем допускается упаковывать продукт в специализированные мягкие контейнеры МК-1,0Л или в специализированные мягкие контейнеры разового использования для сыпучих продуктов типа МКР-1,0С или типа МКР-1, или типа МКО-1,0С массой нетто продукта 700-850 кг, или в полиэтиленовые бочки для химической продукции с большим сливноналивным отверстием или стальные закатные бочки типа II по ГОСТ 13950. Масса нетто полиэтиленовых или стальных бочек - не более 200 кг.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

4.2. Транспортная маркировка тары - по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака: "Беречь от влаги".
Знаки опасности - по ГОСТ 19433, класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9163.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

4.2.1. На свободном от транспортной маркировки месте наносится маркировка, содержащая следующие данные, характеризующие продукцию:

наименование продукта;

дату изготовления;

номер партии;

обозначение настоящего стандарта.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

4.3. (Исключен, Изм. N 2).

4.4. Однозамещенный фосфорнокислый цинк транспортируют транспортом любого вида, кроме воздушного, в крытых транспортных средствах, в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте каждого вида.

По железной дороге продукт транспортируют повагонными отправками в крытых вагонах.

Транспортирование в специализированных мягких контейнерах производят на открытом подвижном составе с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях.

Продукт, упакованный в барабаны, бочки и мешки, с 1 июля 1985 г. транспортируют пакетами массой не более 1,0 т в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, на плоских универсальных поддонах по ГОСТ 9557. Размеры пакета должны соответствовать ГОСТ 24597. Средства скрепления груза - по ГОСТ 21650.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

4.5. Однозамещенный фосфорнокислый цинк хранят в закрытых сухих неотапливаемых складских помещениях, исключающих попадание влаги.

Специальные мягкие контейнеры хранятся на открытых площадках.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения продукта - шесть месяцев со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Разд.6. (Исключен, Изм. N 2).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1999