

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ

Методы определения оксида кремния

Издание официальное

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 22974.2—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.2—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

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ**Методы определения оксида кремния**

Melted welding fluxes.
Methods of silicon oxide determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения оксида кремния (при массовой доле оксида кремния от 10 до 50 %), фотометрический метод определения оксида кремния (при массовой доле оксида кремния от 5 до 20,0 %) и гравиметрический метод определения оксида кремния с доопределением в фильтрате остаточного оксида кремния фотометрическим методом (при массовой доле оксида кремния от 10 до 50 %).

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 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4165—78 Медь (II) серноокислая 5-водная. Технические условия
- ГОСТ 4197—74 Натрий азотистоокислый. Технические условия
- ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборноокислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4332—76 Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия
- ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия
- ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид. Технические условия
- ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 11293—89 Желатин пищевой. Технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавные. Общие требования к методам анализа
- ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавные. Методы разложения флюсов

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Гравиметрический метод определения оксида кремния**4.1 Сущность метода**

Метод основан на сплавлении навески флюса со смесью калия углекислого — натрия углекислого и натрия тетраборноокислого или борной кислоты, разложении плава в соляной кислоте и выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок выпариванием раствора досуха. Массовую

долю оксида кремния определяют по разнице масс до и после обработки фтористоводородной кислотой.

Этот метод не пригоден при наличии оксида титана свыше 5 %.

4.2 Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный по ГОСТ 22974.1.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор массовой концентрации 0,01 г/см³.

Пламень: смешивают пять массовых частей калия углекислого — натрия углекислого и одну массовую часть натрия тетраборнокислого или борной кислоты.

4.3 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5 г сплавляют с 6 г плавня в платиновом тигле с крышкой при 950—1050 °С в течение 30 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали.

Тигель, крышку и плав помещают в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см, приливают 50 см³ соляной кислоты (1:1). Для предупреждения разбрызгивания чашку накрывают стеклом. После разложения плава тигель и крышку извлекают и тщательно обмывают водой. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20—25 см³ соляной кислоты и 20—25 см³ метилового или этилового спирта. Раствор выпаривают досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой и спиртом повторяют. К сухому остатку приливают 20—25 см³ соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой. Осадок сохраняют. Из фильтра вновь выделяют остатки кремниевой кислоты, как описано выше, но без обработки спиртом. Осадок сохраняют.

Фильтрат выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 30—35 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 7—10 см³ желатина, перемешивают, оставляют на 10—15 мин. Приливают 50—60 см³ горячей воды, перемешивают и отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий фильтробумажную массу.

Осадок кремниевой кислоты промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой.

Осадки кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, прокалывают при 950—1050 °С 30—35 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокалывание повторяют до постоянной массы. К прокаленному осадку приливают 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокалывают при 950—1050 °С в течение 3—5 мин, охлаждают и взвешивают.

4.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида кремния X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса тигля с прокаленным осадком оксида кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с прокаленным остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с прокаленным осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с прокаленным остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески флюса, г.

4.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида кремния приведены в таблице 1.

Таблица 1

| Массовая доля оксида кремния | Δ | Допускаемое расхождение | | | δ |
|------------------------------|----------|-------------------------|-------|-------|----------|
| | | d_k | d_2 | d_3 | |
| | | | | | |
| От 5 до 10 включ. | 0,21 | 0,26 | 0,22 | 0,27 | 0,14 |
| Св. 10 » 20 » | 0,30 | 0,40 | 0,30 | 0,40 | 0,20 |
| » 20 » 50 » | 0,50 | 0,60 | 0,50 | 0,60 | 0,30 |

5 Фотометрический метод определения оксида кремния

5.1 Сущность метода

Ионы кремния в слабокислой среде реагируют с молибденовокислым аммонием, образуя кремнемолибденовую гетерополикислоту желтого цвета. При восстановлении последней тиомочевинной в присутствии катализатора — сернокислой меди — возникает окраска молибденовой сини за счет восстановления молибдена, входящего в состав гетерополикислоты. Интенсивность окраски молибденовой сини измеряют при длине волн 810 нм на спектрофотометре или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,15 и 8 моль/дм³. Готовят растворы: 0,15 моль/дм³ — 5 см³ концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см³, 8 моль/дм³ — 230 см³ концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор: 20 г сернокислой меди растворяют в 200 см³ воды, прибавляют 15 см³ концентрированной серной кислоты и разбавляют до 1000 см³.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 0,02 г/см³.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный по ГОСТ 22974.1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,01 г/см³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор массовой концентрации 0,07 г/см³.

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор массовой концентрации 0,05 г/см³. Для перекристаллизации 250 г реактива растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80 °С, раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают при перемешивании 300 см³ этилового спирта, дают осадку отстояться в течение 1 ч и отфильтровывают его на фильтр «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Плавень: смешивают пять массовых частей калия углекислого — натрия углекислого и одну массовую часть натрия тетраборнокислого или борной кислоты.

Стандартные растворы оксида кремния.

Раствор А: 0,2 г прокаленного при 950—1050 °С до постоянной массы оксида кремния сплавляют в платиновом тигле с крышкой с 2 г натрия углекислого безводного при температуре 950—1050 °С в течение 15—20 мин. Охлажденный плав выщелачивают в растворе натрия углекислого массовой концентрации 0,01 г/см³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки раствором углекислого натрия массовой концентрации 0,01 г/см³.

Раствор А с массовой концентрацией оксида кремния 0,0002 г/см³ хранят в полиэтиленовой бутылке.

Массовую концентрацию раствора оксида кремния уточняют гравиметрическим методом: 100 см³ раствора А переносят в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см и приливают 20—25 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 10—15 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10—15 см³ соляной кислоты,

нагревают, приливают 70—80 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества фильтробумажной массы. Осадок промывают 3—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и еще 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат и промывную жидкость переносят в фарфоровую чашку, в которой проводили осаждение кремниевой кислоты, и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 15—20 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 7—10 см³ желатина, перемешивают, оставляют на 10—15 мин. Приливают 50—60 см³ горячей воды, перемешивают и отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий фильтробумажную массу.

Осадок кремниевой кислоты промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой (5:95) и 2—3 раза горячей водой.

Осадки кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат и прокаливают при температуре 950—1050 °С 30—35 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. К прокаленному осадку приливают 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают при температуре 950—1050 °С в течение 3—5 мин, охлаждают и взвешивают.

Массовую концентрацию раствора оксида кремния C , г/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{100}, \quad (2)$$

где m_1 — масса тигля с осадком оксида кремния, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с осадком в контрольном анализе, г;

m_4 — масса тигля с остатком в контрольном анализе после обработки фтористоводородной кислотой, г;

100 — объем раствора А, см³.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

Раствор Б имеет массовую концентрацию оксида кремния 0,00005 г/см³.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску флюса массой 0,1 г сплавляют в платиновом тигле с 3 г плавня при температуре 950—1050 °С в течение 10—15 мин. Охлажденный тигель с плавом помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 500 см³, в которой предварительно налито 150 см³ воды и 15 см³ концентрированной серной кислоты. После разложения плава тигель и крышку вынимают, обмывая их над стаканом. Если раствор окрашен в розовый цвет, то прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до его обесцвечивания. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и снова переносят в полиэтиленовый стакан.

Отбирают аликвотную часть раствора 3—10 см³ (в зависимости от содержания оксида кремния во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,15 моль/дм³, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 0,05 г/см³. Раствор перемешивают и дают постоять в течение 10 мин для полного развития желтой окраски. Затем приливают 15 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 8 моль/дм³, 5 см³ раствора серноокислой меди и 25 см³ раствора тиомочевины, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения служит контрольная проба, проведенная через все стадии анализа.

Массу оксида кремния находят по градуировочному графику.

5.3.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ последовательно вносят 1; 2; 3; 4; 5; 6 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г оксида кремния.

В седьмую колбу, используемую для приготовления раствора сравнения, вносят 2 см³ раствора углекислого натрия массовой концентрации 0,01 г/см³. Приливают 20 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,15 моль/дм³ и далее проводят анализ по 5.3.1.

5.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида кремния X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (3)$$

где m — масса оксида кремния, найденная по градуировочному графику, г;

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

5.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида кремния приведены в таблице 1.

6 Гравиметрический метод определения оксида кремния с доопределением в фильтрате остаточной кремниевой кислоты фотометрическим методом

6.1 Сущность метода

Метод основан на сплавлении навески флюса со смесью калия углекислого — натрия углекислого и натрия тетраборнокислого или борной кислоты, растворении плава в соляной кислоте, выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок однократным выпариванием досуха и доопределением оставшейся в фильтрате кислоты фотометрическим методом.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204 с молярной концентрацией эквивалента 0,15 и 8 моль/дм³. Готовят растворы: 0,15 моль/дм³ — 5 см³ концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см³; 8 моль/дм³ — 230 см³ концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, массовой концентрации 0,05 г/см³ (5.2).

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный по ГОСТ 22974.2.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,01 г/см³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор массовой концентрации 0,07 г/см³.

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428.

Плавень: смешивают пять массовых частей калия углекислого — натрия углекислого и одну массовую часть тетраборнокислого натрия или борной кислоты.

Стандартные растворы оксида кремния — по 5.2.

6.3 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5 г сплавляют с 6 г плавня в платиновом тигле с крышечкой при температуре 950—1050 °С в течение 30—35 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали.

Тигель, крышку и плав помещают в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см, приливают 50 см³ соляной кислоты (1:1). Для предупреждения разбрызгивания чашку накрывают стеклом. После разложения плава тигель и крышку извлекают и тщательно обмывают водой. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой. Раствор фильтруют в полиэтиленовый стакан. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки.

Отбирают аликвотную часть 20—25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, далее — по 5.3.1; 5.3.2; 5.4.

Осадок кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, сушат, прокаливают при 950—1050 °С, далее — по 4.3, 4.4.

6.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида кремния X , %, вычисляют по формуле

$$X = X_1 + X_2, \quad (4)$$

где X_1 — массовая доля оксида кремния, определенная гравиметрически, %;

X_2 — массовая доля оксида кремния, определенная фотометрически, %.

6.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида кремния приведены в таблице 1.

УДК 621.791.048:006.354

МКС 77.040

В09

ОКСТУ 0809

Ключевые слова: оксид кремния, гравиметрический метод, фотометрический метод, доопределение в фильтрате остаточного оксида кремния, нормы точности

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *А С Черноусова*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Слано в набор 06 07 99 Подписано в печать 13 09 99 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,80 Тираж 232 экз С3432 Зак 628

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