МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида циркония

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 22974.8—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.8—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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида циркония

Melted welding fluxes.
Methods of zirconium oxide determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения оксида циркония при содержании от 0,5 до 5 % и титриметрический комплексонометрический метод определения оксида циркония при содержании от 3,0 до 25 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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 22974.4—96 Флюсы сварочные плавленые. Метод определения оксида алюминия
ГОСТ 22974.9—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы определения оксида титана (IV)

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Фотометрический метод определения оксида циркония

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения циркония с арсеназо III, окрашенного в синий цвет. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют при длине волны 665 нм (красный светофильтр).

Издание официальное

4.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 4, 1 : 10.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, 1 : 5, с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой концентрации 0,2 г/см^3 и 0,03 г/см^3.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метиловый красный (индикатор), спиртовый раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3.

Арсеназо III, раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3: 0,1 г арсеназо III растворяют в воде, добавляют 15 см^3 соляной кислоты (1 : 5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и водой доводят до метки.

Стандартные растворы оксида циркония.

Раствор А: 2,77 г циркония хлороксида 8-водного растворяют в воде, добавляют 70 см^3 соляной кислоты, доливают в мерной колбе до 1000 см^3 водой и перемешивают. Раствор А имеет массовую концентрацию оксидов циркония 0,001 г/см^3.

Проверяют массовую концентрацию стандартного раствора А: 25 см^3 раствора помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3 и проводят осаждение гидроксида циркония аммиаком. Раствор с осадком оставляют на 20—25 мин, затем осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 4—5 раз раствором хлористого аммония массовой концентрации 0,03 г/см^3.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы фарфоровый или платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 1000—1050 °С до постоянной массы. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов. Массовую концентрацию раствора оксида циркония C, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{V}, \qquad (1)$$

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

m_2 — масса тигля без осадка оксида циркония, г;

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

m_4 — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

V — объем раствора А, взятого для анализа, см^3.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор Б имеет массовую концентрацию оксида циркония 0,00001 г/см^3.

4.3 **Проведение анализа**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 аликвотную часть раствора 20—50 см^3 помещают в стакан вместимостью 300—400 см^3 (если разложение навески производилось плавлением), добавляют 3—5 см^3 концентрированной азотной кислоты и осторожно приливают 10 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, хорошо обмывают стенки стакана водой и выпаривание повторяют. Затем раствор охлаждают, приливают 20 см^3 соляной кислоты (1 : 1), 10 см^3 воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. К раствору приливают 20 см^3 раствора хлористого аммония массовой концентрации 0,2 г/см^3, нагревают до 70—80 °С, добавляют 2—3 капли метилового красного и раствор аммиака до изменения цвета индикатора. Для выделения осадка раствор нагревают 3—5 мин, не доводя до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 2—4 раза горячей водой. Осадок полуторных оксидов смывают с фильтра горячей соляной кислотой с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3 в стакан, в котором производилось осаждение. Раствор нагревают до полного растворения осадка, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм^3.

Отбирают аликвотную часть раствора 0,5—5,0 см^3 (в зависимости от массовой доли оксида циркония во флюсе) в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты 2 моль/дм^3, 0,5 см^3 раствора гидроксиламина солянокислого, нагревают до кипения. Раствор в колбе охлаждают, прибавляют из бюретки 1 см^3 раствора арсеназо III, доводят до метки раствором соляной кислоты 2 моль/дм^3. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при

длине волны 665 нм на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массу оксида циркония в граммах находят по градуировочному графику.

4.4 **Построение градуировочного графика**

В девять мерных колб вместимостью 50 см³ последовательно вносят из микробюретки 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3; 1,5; 1,7 и 1,9 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000003; 0,000005; 0,000007; 0,000009; 0,000011; 0,000013; 0,000015; 0,000017; 0,000019 г диоксида циркония, в десятую колбу вносят 2—3 см³ раствора соляной кислоты 2 моль/дм³. Затем приливают по 10 см³ соляной кислоты 2 моль/дм³ и далее анализ ведут по 4.3. Раствором сравнения служит раствор без стандартного раствора оксида циркония.

4.5 **Обработка результатов**

4.5.1 Массовую долю оксида циркония X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m — масса оксида циркония, 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 оксида циркония приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида циркония	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		$d_к$	d_2	d_3	
От 0,5 до 1 включ.	0,07	0,08	0,07	0,08	0,04
Св. 1 » 2 »	0,09	0,12	0,10	0,12	0,08
» 2 » 5 »	0,15	0,19	0,15	0,19	0,10
» 5 » 10 »	0,21	0,26	0,22	0,27	0,14
» 10 » 25 »	0,30	0,40	0,30	0,40	0,20

5 Титриметрический комплексонометрический метод определения оксида циркония

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на титровании ионов циркония (IV) трилоном Б в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого при 80—90 °С. Наличие в растворе до 30 мг алюминия, титана, до 10 мг железа определению циркония не мешает.

5.2 **Реактивы и растворы**

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы массовой концентрации 0,2 г/см³ и 0,01 г/см³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации 0,1 г/см³.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор), раствор массовой концентрации 0,002 г/см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′ -тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм³: 9,30 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют водой до метки.

Стандартный раствор оксида циркония готовят по 4.2.

Стандартный раствор оксида алюминия готовят по ГОСТ 22974.4.

Стандартный раствор оксида титана (IV) готовят по ГОСТ 22974.9.

Массовую концентрацию трилона Б, выраженную в г/см³ оксида циркония, устанавливают по стандартному раствору оксида циркония: в три конические колбы вместимостью 250—300 см³ отбирают по 10 см³ стандартного раствора А оксида циркония и аликвотные части стандартных растворов оксида алюминия и оксида титана (IV) в зависимости от их массовой доли в пробе. Раствор разбавляют до 100—110 см³ и осаждают цирконий раствором гидроксида натрия массовой концентрации 0,2 г/см³ до начала выпадения гидроксида циркония, дав избыток гидроксида натрия 15 см³. Раствор с осадком доводят до кипения и кипятят 3—5 мин.

Осадок гидроксида циркония отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 3—4 раза горячим раствором гидроксида натрия массовой концентрации 0,01 г/см³ и 3—4 раза горячей водой. Осадок гидроксида с фильтра смывают в ту же колбу, где производилось осаждение, фильтр промывают 50 см³ горячей соляной кислоты (1 : 1) (общий объем воды и кислоты 70—80 см³). Раствор в колбе нагревают до кипения, приливают 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, в кипящий раствор осторожно при помешивании приливают 20 см³ раствора гидроксида натрия массовой концентрации 0,2 г/см³, шесть капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в желтую.

Массовую концентрацию трилона Б C, г/см³ оксида циркония, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \tag{3}$$

где m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, затраченного на титрование, см³.

5.3 **Проведение анализа**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 50 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³ (если разложение навески проводилось плавлением), приливают 5 см³ азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки стакана водой и выпаривание повторяют. Стакан охлаждают, добавляют воду до 100 см³ и осаждают гидроксиды раствором гидроксида натрия массовой концентрации 0,2 г/см³ до начала выпадения гидроксида циркония, дав избыток гидроксида натрия 15 см³. Раствор с осадком доводят до кипения и кипятят 3—5 мин.

Выпавший осадок гидроксидов фильтруют на фильтр «белая лента», промывают 3—4 раза горячим раствором гидроксида натрия массовой концентрации 0,01 г/см³ и 3—4 раза горячей водой. Осадок с фильтра смывают в стакан, в котором производилось осаждение, фильтр промывают 50 см³ горячей соляной кислоты (1 : 1) и несколько раз водой.

Раствор нагревают до полного растворения осадка, доводят до кипения, приливают 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, а затем прибавляют (порциями) 20 см³ раствора гидроксида натрия массовой концентрации 0,2 г/см³, приливают шесть капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в желтую.

5.4 **Обработка результатов**

5.4.1 Массовую долю оксида циркония X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V C}{m} \cdot 100, \tag{4}$$

где V — объем трилона Б, израсходованного на титрование, см³;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ оксида циркония;

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

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида циркония приведены в таблице 1.

УДК 621.791.048 : 006.354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: флюс, метод определения, окись циркония, раствор, метод анализа, проведение анализа, нормы точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07.99. Подписано в печать 23.08.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.
Тираж 229 экз. С/Д 3954. Зак. 18.

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