МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида кремния

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 22974.2—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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

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) сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4197—74 Натрий азотистокислый. Технические условия
ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 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 плавленые. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленые. 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 тетраборнокислого 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/см^3.

Плавень: 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 см^3 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 см^3 соляной кислоты и 20—25 см^3 метилового или этилового спирта. Раствор выпаривают досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой и спиртом повторяют. К сухому остатку приливают 20—25 см^3 соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см^3 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 см^3 соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 7—10 см^3 желатина, перемешивают, оставляют на 10—15 мин. Приливают 50—60 см^3 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, прокаливают при 950—1050 °С 30—35 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы. К прокаленному осадку приливают 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают при 950—1050 °С в течение 3—5 мин, охлаждают и взвешивают.

4.4 **Обработка результатов**

Массовую долю оксида кремния X, %, вычисляют по формуле

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

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

В процентах

Массовая доля оксида кремния	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		$d'_к$	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 тиомочевиной в присутствии катализатора — сернокислой меди — возникает окраска молибденовой сини за счет восстановления молибдена, входящего в состав гетерополикислоты. Интенсивность окраски молибденовой сини измеряют при длине волны 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/дм^3. Готовят растворы: 0,15 моль/дм^3 — 5 см^3 концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3, 8 моль/дм^3 — 230 см^3 концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165,раствор: 20 г сернокислой меди растворяют в 200 см^3 воды, прибавляют 15 см^3 концентрированной серной кислоты и разбавляют до 1000 см^3.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 0,02 г/см^3.

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

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

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор массовой концентрации 0,07 г/см^3.

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/см^3. Для перекристаллизации 250 г реактива растворяют в 400 см^3 воды при нагревании до 70—80 °С, раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают при перемешивании 300 см^3 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/см^3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки раствором углекислого натрия массовой концентрации 0,01 г/см^3.

Раствор А с массовой концентрацией оксида кремния 0,0002 г/см^3 хранят в полиэтиленовой бутылке.

Массовую концентрацию раствора оксида кремния уточняют гравиметрическим методом: 100 см^3 раствора А переносят в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см и приливают 20—25 см^3 соляной кислоты (1:1). Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 10—15 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10—15 см^3 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

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

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 сернокислой 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

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

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/дм^3. Готовят растворы: 0,15 моль/дм^3 — 5 см^3 концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3; 8 моль/дм^3 — 230 см^3 концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3.

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/см^3 (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/см^3.

Тиомочевина по ГОСТ 6344,раствор массовой концентрации 0,07 г/см^3.

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 крышкой 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 см^3 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 см^3 соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см^3 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 см^3, доводят водой до метки.

Отбирают аликвотную часть 20—25 см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3, 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

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

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. Сдано в набор 06.07.99. Подписано в печать 08.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 232 экз. С/Д 3718. Зак. 820.

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