УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида натрия и оксида калия

Melted welding fluxes.
Methods of sodium and potassium oxides determination

ГОСТ 22974.10—85

Взамен ГОСТ 22974.7—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 пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида натрия и оксида калия (при массовой доле 0,20 до 5,00 %).

Сущность пламенно-фотометрического метода состоит во введении анализируемого раствора в виде аэрозоля посредством специального распыления в пламя горелки, работающей на бутан-пропане. Возникшее в пламени излучение определяемого элемента отделяется посредством светофильтра или монохроматора от излучения других элементов и, попадая на фотоэлемент, вызывает фототок, который измеряется гальванометром. При определенных условиях отсчеты по гальванометру пропорциональны концентрации определяемого элемента в растворе.

Сущность атомно-абсорбционного метода состоит в измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами натрия и калия, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламя ацетилен — воздух.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. При пламенно-фотометрическом методе:

Пламенный фотометр.

Баллон со сжиженным газом.

2.2. При атомно-абсорбционном методе:

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Лампы с полым катодом для определения натрия и калия.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, стандартный раствор: 0,7915 г хлористого калия, предварительно высушенного при (110±5) °С до постоянной массы, растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида калия 0,001 г/см^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, стандартный раствор: 0,943 г хлористого натрия, высушенного при (110±5) °С до постоянной массы, растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида натрия 0,001 г/см^3.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Перед работой приборы настраивают на резонансную линию для калия — 766,50 нм, для натрия — 587,60 нм.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску флюса массой 0,1 г помещают в чашку из платины или стеклоуглерода, смачивают 0,5—1,0 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 фтористоводородной кислоты и 10—20 капель серной кислоты, разбавленной 1:1. Пробу нагревают до полного удаления паров серной кислоты. К сухому остатку прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см^3 воды. Раствор нагревают до полного растворения сернокислых солей.

Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки.

Растворы распыляют на пламенном фотометре или атомно-абсорбционном спектрофотометре до получения постоянных показаний для каждого раствора. Перед всасыванием измеряемого рас-

твора распыляют воду для промывания системы и проверки нуля прибора.

По градуировочному графику находят массу оксида калия и оксида натрия в испытуемом растворе в граммах.

4.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью по 100 см³ последовательно вносят по 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартных растворов, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 и 0,006 г оксида натрия и оксида калия. Приливают по 5 см³ соляной кислоты (1:1), доводят водой до метки и перемешивают.

Растворы распыляют на пламенном фотометре или атомно-абсорбционном спектрофотометре в порядке увеличения массовых долей. Перед распылением каждого раствора распыляют воду.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксида натрия и оксида калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — массы оксида натрия или оксида калия, найденные по градуировочным графикам, г;

m — масса навески флюса, г.

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

Массовая доля оксида натрия или оксида калия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,20 до 0,50 включ.	0,06
Св. 0,50 » 1,00 »	0,08
» 1,00 » 2,00 »	0,10
» 2,00 » 5,00 »	0,20

gost.e-ecolog.ru