УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы разложения флюсов

Melted welding fluxes.
Methods of flux decomposition

ГОСТ 22974.1—85

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4474 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.94
(изс 9-91)

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы разложения: флюсов плавлением и кислотное (для определения массовых долей оксида марганца (II), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, оксида железа (III), фосфора, оксида циркония и оксида титана (IV)).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. МЕТОД РАЗЛОЖЕНИЯ ФЛЮСОВ ПЛАВЛЕНИЕМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении навески флюса со смесью калия углекислого — натрия углекислого и тетрабората натрия или борной кислоты, растворении плава в соляной кислоте и выделении образовавшейся кремниевой кислоты при помощи желатина.

2.2. Реактивы и растворы

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный: натрий тетраборнокислый помещают в платиновую чашку и в муфельной печи медленно нагревают до 400—450 °С. Затем пористую массу по охлаждении растирают и помещают в банку с притертой пробкой.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

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

2.3. Разложение флюса плавлением

2.3.1. Навеску флюса массой 0,5 г сплавляют с 6 г плавня в платиновом тигле с крышкой при температуре 950—1050 °С в течение 30 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали. Тигель, крышку и плав помещают в стакан вместимостью 300—400 см³ и разлагают в 50 см³ соляной кислоты (1:1), накрыв стакан стеклом. По извлечении из стакана тигля и крышки их тщательно ополаскивют водой.

Полученный раствор выпаривают до начала выделения солей, приливают 10 см³ раствора желатина и разбавляют до объема 50 см³.

Раствор помешивают в течение 3—5 мин стеклянной палочкой и оставляют в теплом месте при температуре 70—50 °С на 10—15 мин.

Выпавший осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают несколько раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой (основной раствор).

Осадок с фильтром помещают в платиновый тигель, сушат и прокаливают в течение 15—20 мин при температуре 950—1050 °С. В охлажденный тигель прибавляют 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. Остаток в тигле сплавляют с 0,2 г калия пиросернокислого в течение 3—5 мин. Плав растворяют в 5—10 см³ соляной кислоты (1:1) и присоединяют к основному раствору. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и водой доводят до метки. Раствор используют для определения оксида марганца (II), оксида железа (III), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, оксида циркония, оксида титана (IV), фосфора.

3. МЕТОД КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ФЛЮСОВ

3.1. Сущность метода

Метод основан на разложении флюсов в смеси хлорной или

серной, азотной и фтористоводородной кислот при удалении кремния в виде кремнефторида.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная, разбавленная 1:1.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Кислота хлорная, насыщенная борной кислотой: 57 %-ную хлорную кислоту (1:1) или неразбавленную 36 %-ную нагревают до 50—60 °С и насыщают борной кислотой.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

3.3. Разложение флюса хлорной кислотой

3.3.1. Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 30 см^3 хлорной кислоты (1:1), 5 см^3 азотной и 10 см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают до появления обильных паров хлорной кислоты.

Обмывают водой стенки чашки, приливают 10—20 см^3 хлорной кислоты, насыщенной борной, и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают 2—3 мин при температуре 750—800 °С.

Прокаленный остаток сплавляют с 4—5 г пиросернокислого калия при температуре 750—800 °С в течение 3—5 мин. Плав выщелачивают в 50 см^3 соляной кислоты (1:1) при нагревании. Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и водой доводят до метки.

Раствор используют для определения оксида марганца (II), оксида железа (III), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, оксида циркония, оксида титана (IV), фосфора.

3.4. Разложение флюса серной кислотой

3.4.1. Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 20 см^3 фтористоводородной кислоты, 10 см^3 серной кислоты (1:1). Содержимое чашки нагревают до разложения навески, приливают 5 см^3 азотной кислоты и выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты. Остаточные пары серной кислоты отгоняют, держа чашку на весу в муфеле при температуре 950—1050 °С в течение 2—3 мин. Чашку охлаждают, приливают 50—60 см^3 соляной кислоты (1:1) и нагревают до растворения солей. Если на дне чашки останутся неразрушенные частицы флюса, то их отфильтровывают и сплавляют с калием пиросернокислым по п. 2.3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и водой доводят до метки.

Раствор используют для определения оксида марганца (II), оксида железа (III), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, оксида циркония, оксида титана (IV), фосфора.

gost.e-ecolog.ru