УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения оксида алюминия

Melted welding fluxes.
Method of aluminium oxide determination

ГОСТ 22974.4—85

Взамен ГОСТ 22974.3—78

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

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле оксида алюминия от 1,0 до 40,0 %).

Сущность метода состоит в образовании при pH 5—6 бесцветного внутрикомплексного соединения алюминия с трилоном Б, взятым в избытке. Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора дитизона или ксиленолового оранжевого до резкого перехода окраски из желтой в малиново-красную. Мешающие определению элементы железо, марганец, титан, цирконий и фосфор предварительно отделяют.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой концентрацией 0,1 и 0,2 г/см³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 0,01 и 0,2 г/см³.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, раствор с массовой концентрацией 0,025 г/см³.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823—78, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм³: 2,74 г уксуснокислого цинка растворяют в 500 см³ воды, приливают 5 см³ уксусной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм³: 4,65 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Уротропин технический ГОСТ 1381—73, раствор с массовой концентрацией 0,01 и 0,3 г/см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Метиловый красный индикатор, раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³: 0,1 г индикатора растворяют в 60 см³ этилового спирта и добавляют 40 см³ воды.

Дитизон по ГОСТ 10165—79, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,0004 г/см³ (хранить в темном месте не более 2—3 сут).

Ксиленоловый оранжевый (индикатор): 0,2 г индикатора тщательно растирают с 20 г хлористого калия.

Бумага конго.

Универсальная индикаторная бумага.

Конго красный, раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³.

Буферный раствор с pH 6,0: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см³ воды и прибавляют при постоянном перемешивании ледяную уксусную кислоту до получения pH раствора 6,0 по универсальной индикаторной бумаге. Если раствор мутный, его фильтруют.

Алюминий металлический первичный марок А 999, А 995 по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор оксида алюминия: 0,5293 г металлического алюминия растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. После полного растворения алюминия раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³ оксида алюминия.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору оксида алюминия.

Отбирают по 10 см³ стандартного раствора оксида алюминия в три конические колбы вместимостью 250 см³, приливают по 40 см³ воды, по 10 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,1 г/см³, по 20 см³ трилона Б и нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по индикатору конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую. К нейтрализованному раствору прибавляют 20 см³ раствора уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин, охлаждают, добавляют 2 см³ дитизона или 0,15—0,20 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C), выраженную в г/см³ оксида алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V_1 - V_2 \cdot K},$$

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

V_1 — объем раствора трилона Б, взятый в избытке, см³;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на обратное титрование избытка трилона Б, см³;

K — соотношение между раствором трилона Б и уксуснокислого цинка.

Устанавливают соотношение между раствором трилона Б и раствором уксуснокислого цинка: в три конические колбы вместимостью по 250 см³ вливают по 10 см³ раствора трилона Б, по 50 см³ воды, по 10 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,1 г/см³, нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую. Добавляют 2 см³ дитизона или 0,15—0,20 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора в малиново-красную.

Соотношение (K) между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4},$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, см³;

V_4 — объем раствора уксуснокислого цинка, см³.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Отделение полуторных окислов аммиаком

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 50 см³ раство-

ра помещают в стакан вместимостью 300—400 см³. Если разложение флюса велось сплавлением, то удаляют фтор следующим образом: приливают 5 см³ азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см³ соляной кислоты (1:1), 150 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Затем приливают 20 см³ раствора хлористого аммония с массовой концентрацией 0,2 г/см³, нагревают до 70—80°С, добавляют 2—3 капли индикатора метилового красного и раствор аммиака до изменения окраски индикатора. Для коагуляции осадка раствор нагревают 3—5 мин, не доводя до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 2—4 раза горячим раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 0,01 г/см³, нейтрализованным по метиловому красному аммиаком. Осадок полуторных окислов смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором производилось осаждение, и растворяют в 20 см³ горячей соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения и повторно осаждают полуторные окислы аммиаком.

Осадок отфильтровывают через тот же фильтр и промывают 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 0,01 г/см³. Фильтрат после отделения полуторных окислов собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и используют для определения массовой доли общего кальция и оксида магния, а осадок — для определения оксида алюминия.

3.2. Отделение полуторных окислов уротропином

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 50 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³. Если разложение флюса велось сплавлением, то удаляют фтор следующим образом: приливают 5 см³ азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см³ соляной кислоты (1:1), 150 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей и охлаждают, если разложение флюса велось кислотой, то раствор разбавляют до 100 см³ водой, нейтрализуют раствором аммиака по метиловому красному до перехода окраски раствора из красной в желтую. Избыток аммиака нейтрализуют 2—3 каплями соляной кислоты (1:1). Растворяют выпавший осадок полуторных окислов и приливают 20 см³ раствора уротропина с массовой концентрацией 0,3 г/см³. Для коагуляции осадка раствор нагревают в течение 10—15 мин до температуры 70—80 °С. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 4—5 раз горячим раствором уротропина с массовой концентрацией 0,01 г/см³ и 4—5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды

переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и используют для определения массовой доли общего кальция и оксида магния, осадок — для определения оксида алюминия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Осадок полуторных окислов смывают в стакан, в котором производилось осаждение, фильтр обмывают 20 см³ соляной кислоты (1:1), затем хорошо смывают горячей водой. Общий объем раствора должен быть 60—70 см³. Раствор нагревают до полного растворения осадка, прибавляют 1 см³ раствора сульфида натрия с массовой концентрацией 0,025 г/см³ и нейтрализуют горячим раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,2 г/см³ по бумаге Конго при энергичном перемешивании до перехода окраски в красный цвет, затем вливают 30—40 см³ раствора гидроокиси натрия в избыток. Раствор кипятят 3—4 мин для коагуляции осадка (гидрооксидов железа, титана и циркония) и охлаждают.

Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и хорошо перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть фильтрата и объем добавляемого раствора трилона Б определяют в зависимости от массовой доли оксида алюминия, приведенной в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Аликвотная часть раствора, см³	Объем раствора трилона Б, см³
От 1,0 до 5,0	100	10
Св. 5,0 » 20,0	100	20
» 20,0 » 30,0	100	40
» 30,0 » 40,0	50	35

Раствор нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую, приливают 20 см³ уксуснокислого буферного раствора и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают, приливают 2 см³ дитизона или 0,15—0,20 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{C(V-V_1\cdot K)}{m}\cdot 100,$$

где V — объем титрованного раствора трилона Б, взятый в избытке, см^3;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см^3;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см^3 оксида алюминия;

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

K — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 1,00 до 2,00 включ.	0,10
Св. 2,00 » 4,00 »	0,15
» 4,00 » 10,00 »	0,20
» 10,0 » 20,0 »	0,3
» 20,0 » 40,0 »	0,5

gost.e-ecolog.ru