УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида кальция и оксида магния

Melted welding fluxes.
Methods of calcium and magnesium oxides determination

ГОСТ 22974.5—85

Взамен ГОСТ 22974.10—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 кальция (при массовой доле оксида кальция от 1,00 до 60,0 %) и оксида магния (при массовой доле оксида магния от 0,50 до 20,0 %) и атомно-абсорбционный метод определения оксида магния (при массовой доле от 0,50 до 5,00 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА КАЛЬЦИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании ионов кальция трилоном Б в щелочной среде (pH=12—13). Для лучшей индикации конца титрования применяют смесь индикаторов флуорексона и тимолфталеина. В эквивалентной точке зеленая флуоресцирующая окраска изменяется на розовую.

Определяют массовую долю общего кальция в пересчете на оксид кальция и вычитают массовую долю фтористого кальция.

2.2. Реактивы и растворы

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

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

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой концентрацией 0,2 г/см³.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Натрия N, N — диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см³.

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, доводят водой до метки и перемешивают.

Малахитовый зеленый (индикатор), раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

Флуорексон (индикатор).

Тимолфталеин (индикатор).

Смесь индикаторов: 0,2 г флуорексона и 0,05 г тимолфталеина растирают в ступке с 20 г хлористого калия.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76, предварительно прокаленная при 950—1000 °С в течение 1 ч.

Стандартный раствор: 0,5 г окиси кальция помещают в стакан вместимостью 300 см³, смачивают водой, прибавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), нагревают до полного растворения навески, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют водой до метки. Раствор с массовой концентрацией оксида кальция 0,0005 г/см³.

Установка массовой концентрации раствора трилона Б.

Для установки массовой концентрации раствора трилона Б отбирают по 25 см³ стандартного раствора оксида кальция в три конические колбы вместимостью 250 см³, приливают по 5—6 капель индикатора малахитового зеленого и тонкой струей при энергичном перемешивании раствор гидроокиси калия с массовой концентрацией 0,2 г/см³ до обесцвечивания раствора, добавляют 0,1 г смеси индикаторов и титруют раствором трилона Б до перехода зеленой флуоресцирующей окраски раствора в розовую.

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

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

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

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

2.3. Проведение анализа

К фильтрату в мерной колбе вместимостью 500 см³, после от-

деления полуторных окислов по ГОСТ 22974.4—85, прибавляют 50 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия (при массовой доле оксида марганца (II) до 25 %) или 75 см³ (при массовой доле оксида марганца (II) 25—30 %). Колбу закрывают пробкой и энергично взбалтывают в течение 4—5 мин для быстрой коагуляции карбамата марганца. Раствор в колбе доводят водой до метки и дают отстояться в течение 1 ч, после чего отфильтровывают через два сухих фильтра в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают 100 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 5—6 капель индикатора малахитового зеленого и тонкой струей при энергичном помешивании прибавляют раствор гидроокиси калия с массовой концентрацией 0,2 г/см³ до обесцвечивания раствора. К раствору прибавляют 0,1 г смеси индикаторов и титруют раствором трилона Б до перехода зеленой флуоресцирующей окраски раствора в розовую.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю общего кальция в пересчете на оксид кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация трилона Б, выраженная в г/см³ оксида кальция;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование аликвотной части раствора, см³;

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

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида кальция, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 1,00 до 2,00 включ.	0,15
Св. 2,00 » 4,00 »	0,20
» 4,00 » 10,00 »	0,40
» 10,0 » 20,0 »	0,6
» 20,0 » 60,0 »	0,8

2.4.3. Массовую долю свободного оксида кальция в пробе (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=X-(X_2\cdot 0{,}718),$$

где X — массовая доля общего кальция в пересчете на оксид кальция, %;

X_2 — массовая доля фтористого кальция, найденная по ГОСТ 22974.11—85, %.

0,718 — коэффициент пересчета фтористого кальция на оксид кальция.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА МАГНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в растворе ионами кальция и магния комплексного соединения с эриохром черным Т, окрашенного в сиреневый цвет. При введении в раствор трилона Б (pH 9—10) комплексное соединение разрушается, а кальций и магний связываются с трилоном Б в прочное соединение.

В эквивалентной точке сиреневая окраска комплексного соединения кальция и магния с эриохром черным Т разрушается и появляется голубой цвет свободного индикатора.

Объем трилона Б, израсходованного на титрование оксида магния в пробе, вычисляют по разности объемов трилона Б, израсходованного на титрование суммы оксида кальция и оксида магния, и оксида кальция.

3.2. Реактивы и растворы

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

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/дм^3, приготовленный по п. 2.2.

Эриохром черный Т, индикатор: 0,2 г индикатора растирают в ступке с 20 г хлористого калия.

Аммиачный буфер: 20 г хлористого аммония растворяют в 600 см^3 воды, добавляют 100 см^3 аммиака, разбавляют до 1000 см^3 и перемешивают.

Магния окись по ГОСТ 4526—75, стандартный раствор: 0,5 г окиси магния, предварительно прокаленной при 850—900 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 200—300 см^3, смачивают 10 см^3 воды, прибавляют 25 см^3 соляной кислоты (1:1). Раствор нагревают до полного растворения окиси магния, охлаждают и разбавляют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор с массовой концентрацией оксида магния 0,0005 г/см^3.

Установка массовой концентрации раствора трилона Б.

Устанавливают массовую концентрацию раствора трилона Б: в три конические колбы вместимостью по 250 см^3 отбирают по 25 см^3 стандартного раствора оксида магния, приливают по

100 см³ воды, 20 см³ аммиачного буферного раствора, добавляют по 0,1 г индикатора эриохром черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из сереневой в голубую.

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

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

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

V — объем раствора Б, израсходованный на титрование, см³.

3.3. Проведение анализа

Для определения суммы оксидов кальция и магния отбирают 100 см³ раствора (см. п. 2.3 после отделения марганца) в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ воды, 20 см³ аммиачного буферного раствора, добавляют 0,1 г индикатора эриохром черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в голубую.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида магния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы общего кальция и оксида магния, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование общего кальция, см³;

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

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

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

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА МАГНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами магния, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламя воздух — ацетилен.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения магния.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75.

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

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор с массовой концентрацией 0,35 г/см³.

Магния окись по ГОСТ 4526—75, стандартный раствор; готовят, как указано в п. 3.2 и разбавляют водой в 10 раз. Раствор с массовой концентрацией окиси магния 0,00005 г/см³.

4.3. Подготовка к анализу

Перед работой настраивают прибор на резонансную линию 285,2 нм.

4.4. Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85, 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ раствора хлористого калия для погашения ионизации магния, 10 см³ соляной кислоты (1:1), доводят водой до метки и перемешивают. Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, а затем анализируемый раствор.

Перед введением в пламя каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

4.5. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 и 2,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007; 0,00008; 0,00009 и 0,0001 г оксида магния, добавляют 10 см³ хлористого калия, 2 см³ соляной кислоты (1:1), доводят водой до метки и перемешивают. Далее поступают по п. 4.4.

4.6. Обработка результатов

Подсчитывают среднее значение оптической плотности растворов контрольного опыта и вычитают это значение из среднего значения оптической плотности испытуемых растворов. По градуировочному графику находят массу (г) оксида магния в испытуемом растворе.

4.6.1. Массовую долю оксида магния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса оксида магния, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.6.2. 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 магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,50 до 1,00 включ.	0,10
Св. 1,00 » 2,00 »	0,15
» 2,00 » 5,00 »	0,20
» 5,00 » 10,0 »	0,4
» 10,0 » 20,0 »	0,6

gost.e-ecolog.ru