УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида циркония

Melted welding fluxes.
Methods of zirconium oxide determination

ГОСТ 22974.8—85

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4475 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения оксида циркония (при массовой доле оксида циркония от 0,50 до 5,00 %) и титриметрический комплексонометрический метод определения оксида циркония (при массовой доле оксида циркония от 3,00 до 25,0 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЦИРКОНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения циркония с арсеназо III, окрашенного в синий цвет. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют при длине волны 665 нм (красный светофильтр).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4, 1:10.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:5 с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 0,2 и 0,03 г/см^3.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 0,2 г/см^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Индикатор метиловый красный, спиртовой раствор концентрацией 0,001 г/см^3.

Арсеназо III, раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см^3: 0,1 г арсеназо III растворяют в воде, добавляют 15 см^3 соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и водой доводят до метки, готовят перед употреблением.

Стандартные растворы оксида циркония.

Раствор А: 2,77 г циркония хлорокиси 8-водной растворяют в воде, добавляют 70 см^3 соляной кислоты, доливают в мерной колбе до 1000 см^3 водой и перемешивают. Раствор А с массовой концентрацией оксида циркония 0,001 г/см^3.

Проверяют массовую концентрацию стандартного раствора А: 25 см^3 раствора помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3 и проводят осаждение гидроокиси циркония аммиаком. Раствор с осадком оставляют на 20—25 мин, затем осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 4—5 раз раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 0,03 г/см^3.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы фарфоровый или платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 1000—1050 °С до постоянной массы. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов. Массовую концентрацию раствора оксида циркония (C) в г/см^3 вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m_1 - m_2)(m_3 - m_4)}{V},$$

где m_1 — масса тигля с осадком оксида циркония, г;

m_2 — масса тигля без осадка оксида циркония, г;

m_3 — масса тигля с осадком в контрольном опыте, г;

m_4 — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

V — объем раствора А, взятый для анализа, см^3.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор Б с массовой концентрацией оксида циркония 0,00001 г/см^3.

2.3. Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 аликвотную

часть раствора 20—50 см³ помещают в стакан вместимостью 300—400 см³ (если разложение навески производилось плавлением), добавляют 3—5 см³ концентрированной азотной кислоты и осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, хорошо обмывают стенки стакана водой и выпаривание повторяют. Затем раствор охлаждают, приливают 20 см³ соляной кислоты (1:1), 10 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. К раствору приливают 20 см³ раствора хлористого аммония с массовой концентрацией 0,2 г/см³, нагревают до 70—80 °С, добавляют 2—3 капли метилового красного и раствор аммиака до изменения цвета индикатора. Для коагуляции осадка раствор нагревают 3—5 мин, не доводя до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 2—4 раза горячей водой. Осадок полуторных окислов смывают с фильтра горячей соляной кислотой с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм³ в стакан, в котором проводилось осаждение. Раствор нагревают до полного растворения осадка, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки соляной кислотой 2 моль/дм³.

Отбирают аликвотную часть раствора 0,5—5,0 см³ (в зависимости от массовой доли оксида циркония во флюсе) в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты, 0,5 см³ раствора гидроксиламина солянокислого, нагревают до кипения. Раствор в колбе охлаждают, прибавляют из бюретки 1 см³ раствора арсеназо III, доводят до метки соляной кислотой 2 моль/дм³. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 665 нм или фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенного через весь ход анализа. Массу оксида циркония в граммах находят по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью по 50 см³ последовательно вносят из микробюретки 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3; 1,5; 1,7 и 1,9 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000003; 0,000005; 0,000007; 0,000009; 0,000011; 0,000013; 0,000015; 0,000017 и 0,000019 г двуокиси циркония, в десятую колбу вносят 2—3 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты. Затем приливают по 10 см³ соляной кислоты 2 моль/дм³ и далее анализ ведут по п. 2.3. Раствором сравнения служит раствор без стандартного раствора оксида циркония.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю оксида циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

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

Массовая доля оксида циркония, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,50 до 1,00 включ.	0,08
Св. 1,00 » 2,00 »	0,10
» 2,00 » 5,00 »	0,15
» 5,00 » 10,0 »	0,30
» 10,0 » 25,0 »	0,4

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЦИРКОНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на титровании ионов циркония (IV) трилоном Б в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого при 80—90 °С. Присутствие в растворе до 30 мг алюминия, титана, до 10 мг железа определению циркония не мешают.

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.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 0,2 и 0,01 г/см^3.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см^3.

Уротропин (гексаметилтетрамин), раствор с массовой концентрацией 0,3 и 0,01 г/см^3.

Ксиленоловый оранжевый индикатор с массовой концентрацией 0,002 г/см^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3: 9,30 г трилона Б растворяют в 300 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и разбавляют водой до метки.

Стандартный раствор оксида циркония готовят по п. 2.2.

Стандартный раствор оксида алюминия готовят по ГОСТ 22974.4—85.

Стандартный раствор оксида титана (IV) готовят по ГОСТ 22974.9—85.

Массовую концентрацию трилона Б, выраженную в г/см³ оксида циркония, устанавливают по стандартному раствору оксида циркония: в три конические колбы вместимостью 250—300 см³ отбирают по 10 см³ стандартного раствора А оксида циркония и аликвотные части стандартных растворов оксида алюминия и оксида титана (IV) в зависимости от их массовой доли в пробе. Раствор разбавляют до 100—110 см³ и осаждают цирконий раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,2 г/см³ до начала выпадения гидроокиси циркония, в избыток гидроокиси натрия 15 см³. Раствор с осадком доводят до кипения и кипятят 3—5 мин.

Осадок гидроокиси циркония отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 3—4 раза горячим раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,01 г/см³ и 3—4 раза горячей водой. Осадок гидроокиси с фильтра смывают в ту же колбу, в которой проводилось осаждение, фильтр промывают 50 см³ горячей соляной кислоты (1:1) (общий объем воды и кислоты 70—80 см³). Раствор в колбе нагревают до кипения, приливают 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, в кипящий раствор осторожно при помешивании приливают 20 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,2 г/см³, 6 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в желтую.

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

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

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

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

3.3. Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 50 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³ (если разложение навески проводилось плавлением), приливают 5 см³ азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Стакан охлаждают, добавляют 30—40 см³ воды, нейтрализуют раствором аммиака до начала выпадения гидроокисей. Выпавший

осадок растворяют 2—3 каплями соляной кислоты (1:1), осаждают гидроокиси алюминия, циркония и другие гидроокиси, 15—20 см³ раствора уротропина с массовой концентрацией 0,3 г/см³ и нагревают при 80—90 °С в течение 10—15 мин для коагуляции осадка.

Выпавший осадок гидроокиси фильтруют на фильтр «белая лента». Фильтр с осадком промывают 3—4 раза горячим раствором уротропина с массовой концентрацией 0,01 г/см³ и 3—4 раза горячей водой. Осадок с фильтра смывают в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают 50 см³ горячей соляной кислоты (1:1) и несколько раз водой.

Раствор нагревают до полного растворения осадка, доводят до кипения, приливают 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, в горячий раствор прибавляют (порциями) 20 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,2 г/см³, приливают 6 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в желтую.

3.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем трилона Б, израсходованного на титрование, см³;

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

m — масса навески флюса, 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 таблице.

gost.e-ecolog.ru