МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

## Методы определения оксида кальция и оксида магния

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.5—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.5—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

## Методы определения оксида кальция и оксида магния

Melted welding fluxes. Methods of calcium and magnesium oxides determination

**Дата введения 2000—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения оксида кальция (при массовой доле оксида кальция от 1 до 60 %), титриметрический комплексонометрический метод определения оксида магния (при массовой доле оксида магния от 0,5 до 20 %) и атомно-абсорбционный метод определения оксида магния (при массовой доле оксида магния от 0,5 до 5 %).

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4526—75 Магний оксид. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический
ГОСТ 8677—76 Кальций оксид. Технические условия
ГОСТ 8864—71 Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы разложения флюсов
ГОСТ 22974.4—96 Флюсы сварочные плавленые. Метод определения оксида алюминия
ГОСТ 22974.11—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы определения фторида кальция

## 3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

## 4 Титриметрический комплексонометрический метод определения оксида кальция

### 4.1 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, а затем вычитают массовую долю фторида кальция.

**Издание официальное**

4.2 **Реактивы и растворы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор массовой концентрации 0,2 г/см$^3$.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор массовой концентрации 0,1 г/см$^3$.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм$^3$: 4,65 г трилона Б растворяют в 300 см$^3$ воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

Малахитовый зеленый (индикатор), раствор массовой концентрации 0,01 г/см$^3$.

Флуорексон (индикатор).

Тимолфталеин (индикатор).

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

Кальция оксид по ГОСТ 8677, предварительно прокаленный при 950—1000 °С в течение 1 ч.

Стандартный раствор: 0,5 г оксида кальция помещают в стакан вместимостью 300 см$^3$, смачивают водой, прибавляют 10 см$^3$ соляной кислоты (1:1), нагревают до полного растворения навески, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ и разбавляют водой до метки. Раствор имеет массовую концентрацию оксида кальция 0,0005 г/см$^3$.

Установление массовой концентрации раствора трилона Б.

Для установления массовой концентрации раствора трилона Б отбирают по 25 см$^3$ стандартного раствора оксида кальция в три конические колбы вместимостью 250 см$^3$, приливают по 5—6 капель индикатора малахитового зеленого и тонкой струей при энергичном перемешивании раствор гидроксида калия массовой концентрации 0,2 г/см$^3$ 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 $C$, г/см$^3$ оксида кальция, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

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

$V$ — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см$^3$.

4.3 **Проведение анализа**

К фильтрату в мерной колбе вместимостью 500 см$^3$ после отделения полуторных оксидов по ГОСТ 22974.4 прибавляют 50 см$^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия (при массовой доле оксида марганца (II) до 25 %) или 75 см$^3$ (при массовой доле оксида марганца (II) от 25 до 50 см$^3$). 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 см$^3$ раствора в коническую колбу вместимостью 500 см$^3$, приливают 5—6 капель индикатора малахитового зеленого и тонкой струей при энергичном помешивании прибавляют раствор гидроксида калия массовой концентрации 0,2 г/см$^3$ до обесцвечивания раствора. К раствору прибавляют 0,1 г смеси индикаторов и титруют раствором трилона Б до перехода зеленой флуоресцирующей окраски раствора в розовую.

4.4 **Обработка результатов**

4.4.1 Массовую долю общего кальция в пересчете на оксид кальция $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{VC}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где $V$ — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование аликвотной части раствора, см$^3$;

$C$ — массовая концентрация трилона Б, г/см$^3$ оксида кальция;

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

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли общего кальция в пересчете на оксид кальция приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

| Массовая доля оксида кальция | Δ | Допускаемое расхождение | | | δ |
|---|---|---|---|---|---|
| | | $d_к$ | $d_2$ | $d_3$ | |
| От 1 до 2 включ. | 0,13 | 0,17 | 0,14 | 0,17 | 0,09 |
| Св. 2 » 4 » | 0,20 | 0,30 | 0,20 | 0,30 | 0,10 |
| » 4 » 10 » | 0,30 | 0,40 | 0,30 | 0,40 | 0,20 |
| » 10 » 20 » | 0,40 | 0,50 | 0,40 | 0,50 | 0,30 |
| » 20 » 50 » | 0,70 | 0,80 | 0,70 | 0,80 | 0,40 |
| » 50 » 60 » | 0,90 | 1,20 | 1,00 | 1,20 | 0,60 |

4.4.3 Массовую долю свободного оксида кальция в пробе $X_1$, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = X - (X_2\ 0{,}718), \qquad (3)$$

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

$X_2$ — массовая доля фторида кальция, найденная по ГОСТ 22974.11, %;

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

4.4.4 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли свободного оксида кальция приведены в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

| Массовая доля свободного оксида кальция | Δ | Допускаемое расхождение | | | δ |
|---|---|---|---|---|---|
| | | $d_к$ | $d_2$ | $d_3$ | |
| От 1 до 2 включ. | 0,17 | 0,22 | 0,18 | 0,22 | 0,12 |
| Св. 2 » 5 » | 0,30 | 0,40 | 0,30 | 0,40 | 0,20 |
| » 5 » 10 » | 0,40 | 0,50 | 0,40 | 0,50 | 0,30 |
| » 10 » 20 » | 0,50 | 0,70 | 0,50 | 0,70 | 0,40 |
| » 20 » 50 » | 0,90 | 1,10 | 1,00 | 1,10 | 0,50 |

## 5 Титриметрический комплексонометрический метод определения оксида магния

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на образовании в растворе ионами кальция и магния комплексного соединения с эриохромом черным Т, окрашенного в сиреневый цвет. При введении в раствор трилона Б (pH 9—10) это 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 эриохромом черным Т разрушается и появляется голубой цвет свободного индикатора.

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

5.2 **Реактивы и растворы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор трилона с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм$^3$, приготовленный по 4.2.

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

Аммиачный буфер: 57,5 г хлористого аммония растворяют в 200 см$^3$ воды, добавляют 570 см$^3$ аммиака, разбавляют до 1000 см$^3$ и перемешивают.

Магния оксид по ГОСТ 4526, стандартный раствор: 0,5 г оксида магния, предварительно прокаленного при 850—900 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 200—300 см³, смачивают 10 см³ воды, прибавляют 25 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор нагревают до полного растворения оксида магния, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют водой до метки. Раствор имеет массовую концентрацию оксида магния 0,0005 г/см³.

Установление массовой концентрации раствора трилона Б: в три конические колбы вместимостью 250 см³ отбирают по 25 см³ стандартного раствора оксида магния, приливают по 100 см³ воды, 10 см³ аммиачного буферного раствора, добавляют по 0,1 г индикатора эриохрома черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из сиреневой в голубую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б $C$, г/см³ оксида магния, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \qquad (4)$$

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

$V$ — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³.

5.3 **Проведение анализа**

Для определения суммы общего кальция и оксида магния отбирают 100 см³ раствора (см. 4.3 после отделения марганца) в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ воды, 10 см³ аммиачного буферного раствора, добавляют 0,1 г индикатора эриохрома черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в голубую.

5.4 **Обработка результатов**

5.4.1 Массовую долю оксида магния $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot C}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

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

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

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

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

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида магния приведены в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

| Массовая доля оксида магния | Δ | Допускаемое расхождение | | | δ |
|---|---|---|---|---|---|
| | | $d_к$ | $d_2$ | $d_3$ | |
| От 0,5 до 1,0 включ. | 0,08 | 0,10 | 0,09 | 0,10 | 0,05 |
| Св. 1,0 » 2,0 » | 0,11 | 0,14 | 0,12 | 0,15 | 0,07 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,20 | 0,20 | 0,20 | 0,20 | 0,10 |
| » 5,0 » 10,0 » | 0,30 | 0,30 | 0,30 | 0,30 | 0,20 |
| » 10,0 » 20,0 » | 0,40 | 0,50 | 0,40 | 0,50 | 0,30 |

## 6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида магния

6.1 **Сущность метода**

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

6.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения магния.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор массовой концентрации 0,35 г/см³.

Магния оксид по ГОСТ 4526, стандартный раствор: готовят, как указано в 5.2, и разбавляют водой в 10 раз. Раствор имеет массовую концентрацию оксида магния 0,00005 г/см$^3$.

6.3 **Подготовка к анализу**

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

6.4 **Проведение анализа**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 5 см$^3$ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, добавляют 50 см$^3$ раствора хлористого калия для погашения ионизации магния, 10 см$^3$ 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.

6.5 **Построение градуировочного графика**

В мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ помещают 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; 2,0 см$^3$ стандартного раствора, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007; 0,00008; 0,00009 и 0,00010 г оксида магния, добавляют 10 см$^3$ хлористого калия, 2 см$^3$ соляной кислоты (1:1), доводят водой до метки и перемешивают. Далее поступают по 6.4.

6.6 **Обработка результатов**

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

6.6.1 Массовую долю оксида магния $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (6)$$

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

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

6.7 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида магния приведены в таблице 3.

УДК 621 791 048 006 354 МКС 77 040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: оксид кальция, оксид магния, титриметрический комплексонометрический метод, атомно-абсорбционный метод, раствор, массовая доля, нормы точности

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Л А Кузнецова*
Корректор *Н Л Шнайдер*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 06 07 99 Подписано в печать 13 09 99 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,75 Тираж 231 экз С3532 Зак 679

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов -- тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru