МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения оксида алюминия

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 22974.4—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.4—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

Метод определения оксида алюминия

Melted welding fluxes.
Method of aluminium oxide determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле оксида алюминия от 1 до 50 %).

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.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1381—73 Уротропин технический.Технические условия

ГОСТ 2053—77 Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3117—77 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный.Марки

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы разложения флюсов

3 Общие требования

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Издание официальное

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы массовых концентраций 0,1 и 0,2 г/см^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, растворы массовых концентраций 0,01 и 0,2 г/см^3.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрий сернистый 9-водный по ГОСТ 2053, раствор массовой концентрации 0,025 г/см^3.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм^3: 2,74 г уксуснокислого цинка растворяют в 500 см^3 воды, приливают 5 см^3 уксусной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

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, доливают водой до метки и перемешивают.

Уротропин технический по ГОСТ 1381, растворы массовых концентраций 0,01 и 0,3 г/см^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метиловый красный (индикатор), раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3: 0,1 г индикатора растворяют в 60 см^3 этилового спирта и добавляют 40 см^3 воды.

Дитизон (индикатор), спиртовой раствор массовой концентрации 0,0004 г/см^3 (хранить в темном месте не более 2—3 дней).

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

Бумага конго.

Универсальная индикаторная бумага.

Конго красный, раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3.

Буферный раствор с pH 6,0: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см^3 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 первичный марок А999, А995 по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор оксида алюминия: 0,5293 г алюминия растворяют в 30 см^3 соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. После полного растворения алюминия раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор имеет массовую концентрацию 0,001 г/см^3 оксида алюминия.

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

Отбирают по 10 см^3 стандартного раствора оксида алюминия в три конические колбы вместимостью 250 см^3, приливают по 40 см^3 воды, по 10 см^3 раствора гидроксида натрия массовой концентрации 0,1 г/см^3, по 20 см^3 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 см^3 раствора уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин, охлаждают, добавляют 2 см^3 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, г/см^3 оксида алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V_1 - V_2 k}, \qquad (1)$$

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

V_1 — объем раствора трилона Б, взятого в избытке, см^3;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованного на обратное титрование избытка трилона Б, см^3;

k — соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка.

Устанавливают соотношение между объемами раствора трилона Б и раствора уксуснокислого цинка: в три конические колбы вместимостью 250 см^3 вливают по 10 см^3 раствора трилона Б, по 50 см^3 воды, по 10 см^3 раствора гидроксида натрия массовой концентрации 0,1 г/см^3, нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую.

Добавляют 20 см^3 раствора уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин, охлаждают, а затем добавляют 2 см^3 дитизона или 0,15—0,20 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора в малиново-красную.

Соотношение k между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка вычисляют по формуле

$$k = \frac{V_3}{V_4}, \qquad (2)$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, см^3;

V_4 — объем раствора уксуснокислого цинка, см^3.

5 Подготовка к анализу

5.1 **Определение полуторных оксидов аммиаком**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 50 см^3 раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см^3. Если разложение флюса велось сплавлением, то фтор удаляют следующим образом: приливают 5 см^3 азотной кислоты, осторожно приливают 10 см^3 серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см^3 соляной кислоты (1:1), 150 см^3 воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей, затем приливают 20 см^3 раствора хлористого аммония массовой концентрации 0,2 г/см^3, нагревают до 70—80 °С, добавляют 2—3 капли индикатора метилового красного и раствор аммиака до изменения окраски индикатора. Для коагуляции раствор нагревают 3—5 мин, не доводя до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 2—4 раза горячим раствором хлористого аммония массовой концентрации 0,01 г/см^3, нейтрализованным по метиловому красному аммиаком. Осадок полуторных оксидов смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором производилось осаждение, и растворяют в 20 см^3 горячей соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения и повторно осаждают полуторные оксиды аммиаком.

Осадок отфильтровывают через тот же фильтр и промывают 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония массовой концентрации 0,01 г/см^3. Фильтрат после отделения полуторных оксидов собирают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и используют для определения массовой доли общего кальция и оксида магния, а осадок — для определения оксида алюминия.

5.2 **Отделение полуторных оксидов уротропином**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 50 см^3 раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см^3. Если разложение флюса велось сплавлением, то удаляют фтор следующим образом: приливают 5 см^3 азотной кислоты, осторожно приливают 10 см^3 серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см^3 соляной кислоты (1:1), 150 см^3 воды, нагревают до полного растворения сернокислых солей и охлаждают. Если разложение флюса велось кислотой, то раствор разбавляют до 100 см^3 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 оксидов и приливают 20 см^3 раствора уротропина массовой концентрации 0,3 г/см^3. Для коагуляции 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 массовой концентрации 0,01 г/см^3 и 4—5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и используют для определения массовой доли общего кальция и оксида магния, осадок — для определения оксида алюминия.

6 Проведение анализа

Осадок полуторных оксидов смывают в стакан, в котором производилось осаждение, фильтр обмывают 20 см^3 соляной кислоты (1:1), затем хорошо смывают горячей водой. Общий объем раствора должен быть 60—70 см^3. Раствор нагревают до полного растворения осадка, прибавляют 1 см^3 раствора сульфида натрия массовой концентрации 0,025 г/см^3 и нейтрализуют горячим раствором гидроксида натрия массовой концентрации 0,2 г/см^3 по бумаге конго при энергичном перемешивании до перехода окраски в красную, затем вливают 30—40 см^3 раствора гидроксида

натрия в избыток. Раствор кипятят 3—4 мин для выделения осадка (гидроксидов железа, титана и циркония) и охлаждают.

Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, 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, как указано в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Аликвотная часть раствора, см^3	Объем раствора трилона Б, см^3
От 1 до 5 включ.	100	10
Св. 5 » 20 »	100	20
» 20 » 30 »	100	40
» 30 » 50 »	50	35

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

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю оксида алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C(V - V_1 \cdot k)}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

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

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

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

k — соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

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

7.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида алюминия приведены в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля оксида алюминия	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		$d_к$	d_2	d_3	
От 1 до 2 включ.	0,13	0,16	0,14	0,17	0,08
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

УДК 621.791.048:006.354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: оксид алюминия, титриметрический комплексонометрический метод определения оксида алюминия, нормы точности

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Л А Кузнецова*
Корректор *В Е Нестерова*
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 0,63 Тираж 231 экз С3519 Зак 674

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