УДК 621.791.048:006.354 Группа 809

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида кремния

Melted welding fluxes.
Methods of silicon oxide determination

ГОСТ 22974.2—85

Взамен
ГОСТ 22974.1—78

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4474 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.92 94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения оксида кремния (при массовой доле оксида кремния от 10,0 до 50,0 %), фотометрический метод определения оксида кремния (при массовой доле оксида кремния от 5,0 до 25,0 %) и гравиметрический метод определения оксида кремния с доопределением в фильтрате остаточного оксида кремния фотометрическим методом (при массовой доле оксида кремния от 10,0 до 50,0 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении навески флюса со смесью калия углекислого-натрия углекислого и тетрабората натрия или борной кислоты, разложении плава в соляной кислоте и выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок выпариванием раствора досуха. Массовую долю оксида кремния определяют по разнице в массе до и после обработки фтористоводородной кислотой.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2.2. Реактивы и растворы

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Калий углекислый-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный по ГОСТ 22974.1—85.

Спирт метиловый по ГОСТ 6995—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см^3.

Плавень: смешивают пять массовых частей калия углекислого-натрия углекислого и одну массовую часть натрия тетраборнокислого или борной кислоты.

2.3. Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5 г сплавляют с 6 г плавня в платиновом тигле с крышкой при 950—1050 °С в течение 30 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали.

Тигель, крышку и плав помещают в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см, приливают 50 см^3 соляной кислоты (1:1). Для предупреждения разбрызгивания чашку покрывают стеклом. После разложения плава тигель и крышку извлекают и тщательно обмывают водой. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20—25 см^3 соляной кислоты и 20—25 см^3 метилового или этилового спирта. Раствор выпаривают досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой и спиртом повторяют. К сухому остатку приливают 20—25 см^3 соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см^3 горячей воды и нагревают до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой. Осадок сохраняют. Из фильтрата вновь выделяют остатки кремниевой кислоты, как описано выше, но без обработки спиртом. Осадок сохраняют.

Фильтрат выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 30—35 см^3 соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 7—10 см^3 желатина, перемешивают, оставляют на 10—15 мин. Приливают 50—60 см^3 горячей воды, перемешивают и отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий фильтробумажную массу.

Осадок кремниевой кислоты промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой.

Осадки кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат и прокаливают при 950—1050 °С 30—35 мин,

охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы. К прокаленному осадку приливают 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают при 950—1050 °С в течение 3—5 мин, охлаждают и взвешивают.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(m_1-m_2)-(m_3-m_4)}{m}\cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с прокаленным осадком оксида кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с прокаленным остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с прокаленным осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с прокаленным остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески флюса, г.

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

Массовая доля оксида кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 5,00 до 10,00 включ.	0,20
Св. 10,0 » 20,0 »	0,3
» 20,0 » 50,0 »	0,5

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Ионы кремния в слабокислой среде реагируют с аммонием молибденовокислым, образуя при этом кремнемолибденовую гетерополикислоту желтого цвета. При восстановлении последней тиомочевиной в присутствии катализатора — сернокислой меди образуется окраска молибденовой сини за счет восстановления молибдена, входящего в состав гетерополикислоты. Интенсивность окраски молибденовой сини измеряют при длине волны 810 нм на спектрофотометре или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощенного слоя 10 мм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,15 и 8 моль/дм³. Готовят растворы: 0,15 моль/дм³ — 5 см³ концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см³; 8 моль/дм³ — 230 см³ концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор: 20,0 г сернокислой меди растворяют в 200 см³ воды, прибавляют 15 см³ концентрированной серной кислоты и разбавляют до 1000 см³.

Калий углекислый-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой концентрацией 0,02 г/см³.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный по ГОСТ 22974.1—85.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор с массовой концентрацией 0,07 г/см³.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный, раствор с массовой концентрацией 0,05 г/см³.

Для перекристаллизации 250 г реактива растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80 °С, раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают при перемешивании 300 см³ этилового спирта, дают осадку отстояться в течение одного часа и отфильтровывают его на фильтр «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Плавень: смешивают пять массовых частей углекислого калия-натрия и одну массовую часть натрия тетраборнокислого или борной кислоты.

Стандартные растворы двуокиси кремния.

Раствор А: 0,2 г прокаленной при 950—1050 °С до постоянной массы двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с крышкой с 2 г натрия углекислого безводного при температуре 950—1050 °С в течение 15—20 мин. Охлажденный плав выщелачивают в растворе углекислого натрия с массовой концентрацией 0,01 г/см³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки раствором углекислого натрия с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

Раствор А с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,0002 г/см³; хранят в полиэтиленовой бутылке.

Массовую концентрацию раствора двуокиси кремния уточняют гравиметрическим методом: 100 см³ раствора А переносят в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см и приливают 20—25 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 10—15 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10—15 см³ соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества фильтробумажной массы. Осадок промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой (5:95) и еще 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат и промывную жидкость переносят в фарфоровую чашку, в которой проводили осаждение кремниевой кислоты и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 15—20 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 7—10 см³ желатина, перемешивают, оставляют на 10—15 мин. Приливают 50—60 см³ горячей воды, перемешивают и отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий фильтробумажную массу.

Осадок кремниевой кислоты промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой (5:95) и 2—3 раза горячей водой.

Осадки кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат и прокаливают при 950—1050 °С в течение 30—35 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. К прокаленному осадку приливают 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают при 950—1050 °С в течение 3—5 мин, охлаждают и взвешивают.

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

$$C = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{100},$$

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

m_2 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

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

m_4 — масса тигля с остатком в контрольном анализе после обработки фтористоводородной кислотой, г;

100 — объем раствора А, см³.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

Раствор Б с массовой концентрацией оксида кремния 0,00005 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску флюса массой 0,1 г сплавляют в платиновом тигле с 3 г плавня при температуре 950—1050 °С в течение 10—15 мин. Охлажденный тигель с плавом помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 500 см³, в который предварительно налито 150 см³ воды и 15 см³ концентрированной серной кислоты. После разложения плава тигель и крышку вынимают, обмывая их над стаканом. Если раствор окрашен в розовый цвет, то прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до его обесцвечивания. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и снова переносят в полиэтиленовый стакан.

Отбирают аликвотную часть раствора 3—10 см³ (в зависимости от содержания оксида кремния во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см², приливают 20 см³ 0,15 моль/дм³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония с массовой концентрацией 0,05 г/см³. Раствор перемешивают и дают постоять в течение 10 мин для полного развития желтой окраски. Затем приливают 15 см³ 8 моль/дм³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора сернокислой меди и 25 см³ раствора тиомочевины, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения служит контрольная проба, проведенная через весь ход анализа.

Массу оксида кремния находят по градуировочному графику.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В девять мерных колб вместимостью по 100 см³ последовательно вносят 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10 см³ раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00035; 0,00040; 0,00045; 0,00050 г оксида кремния.

В десятую колбу, используемую для приготовления раствора сравнения, вносят 2 см³ раствора углекислого натрия с массовой концентрацией 0,01 г/см³, приливают 20 см³ 0,15 моль/см³ раствора серной кислоты и далее проводят анализ по п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса оксида кремния, найденная по градуировочному графику, г;

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.

4. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА КРЕМНИЯ С ДООПРЕДЕЛЕНИЕМ В ФИЛЬТРАТЕ ОСТАТОЧНОЙ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

4.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении навески флюса со смесью калия углекислого-натрия углекислого и натрия тетраборнокислого или борной кислоты, растворении плава в соляной кислоте, выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок однократным выпариванием досуха, и доопределением оставшейся в фильтрате кислоты фотометрическим методом.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, с молярной концентрацией эквивалента 0,15 и 8 моль/дм^3. Готовят растворы: 0,15 моль/дм^3— 5 см^3 концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3; 8 моль/дм^3 — 230 см^3 концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный, с массовой концентрацией 0,05 г/см^3 (п. 3.2).

Калий углекислый-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Медь (II) сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76, обезвоженный по ГОСТ 22974.2—85.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 и раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см^3.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор массовой концентрацией 0,07 г/см^3.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Плавень: смешивают пять массовых частей углекислого калия-натрия и одну массовую часть тетраборнокислого натрия или борной кислоты.

Стандартные растворы оксида кремния — по п. 3.2.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску флюса массой 0,5 г сплавляют с 6 г плавня в платиновом тигле с крышкой при температуре 950—1050 °С в течение 30—35 мин. Плав выливают на полированную пластинку из нержавеющей стали.

Тигель, крышку и сплав помещают в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см, приливают 50 см³ соляной кислоты (1:1). Для предупреждения разбрызгивания чашку накрывают стеклом. После разложения плава тигель и крышку извлекают и тщательно обмывают водой. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой. Раствор фильтруют в полиэтиленовый стакан. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки.

Отбирают аликвотную часть 20—25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и далее по п. 3.3.1.

Осадок кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, сушат, прокаливают при 950—1050 °С и далее по п. 2.3.

4.3.2. Построение градуировочного графика — по п. 3.3.2.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю оксида кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = X_2 + X_3,$$

где X_2 — массовая доля оксида кремния, определенная гравиметрически, %;

X_3 — массовая доля оксида кремния, определенная фотометрически, %.

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

gost.e-ecolog.ru