МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы разложения флюсов

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 22974.1—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.1—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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Метод разложения флюсов плавлением 1
5 Метод кислотного разложения флюсов 2

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы разложения флюсов

Melted welding fluxes.
Methods of flux decomposition

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы разложения флюсов: плавлением и кислотного (для определения массовых долей оксида марганца (II), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, оксида железа (III), фосфора, оксида циркония и оксида титана (IV).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4332—76 Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия
ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 11293—89 Желатин пищевой. Технические условия
ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Метод разложения флюсов плавлением

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 и выделении образовавшейся кремниевой кислоты с помощью желатина.

4.2 **Реактивы и растворы**

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 обезвоженный: натрий тетраборнокислый помещают в платиновую чашку и в муфельной печи медленно нагревают до 400—450 °С. Затем пористую массу после охлаждения растирают и помещают в банку с притертой пробкой.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор массовой концентрации 0,01 г/см^3.

Плавень: смешивают пять частей по массе калия углекислого — натрия углекислого и одну часть по массе натрия тетраборнокислого или борной кислоты.

Издание официальное

4.3 **Разложение флюса плавлением**

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 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали. Тигель, крышку и плав помещают в стакан вместимостью 300—400 $см^3$ и разлагают в 50 $см^3$ соляной кислоты (1:1), накрыв стакан стеклом. По извлечении из стакана тигля и крышки их тщательно ополаскивают водой.

Полученный раствор выпаривают до начала выделения солей, приливают 10 $см^3$ раствора желатина и разбавляют до объема 50 $см^3$.

Раствор помешивают в течение 3—5 мин стеклянной палочкой и оставляют в теплом месте при температуре 50—70 °С на 10—15 мин.

Выпавший осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают несколько раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой (основной раствор).

Осадок с фильтром помещают в платиновый тигель, сушат и прокаливают в течение 15—20 мин при температуре 950—1050 °С. В охлажденный тигель прибавляют 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 $см^3$ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают при температуре 950—1050 °С в течение 3—5 мин. Остаток в тигле сплавляют с 2 г калия пиросернокислого при температуре 700—750 °С в течение 3—5 мин. Плав растворяют в 5—10 $см^3$ соляной кислоты (1:1) и присоединяют к основному раствору. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и водой доводят до метки. Раствор используют для определения оксида марганца (II), оксида железа (III), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, оксида циркония, оксида титана (IV), фосфора.

5 Метод кислотного разложения флюсов

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на разложении флюсов в смеси хлорной или серной, азотной и фтористоводородной кислот при удалении кремния в виде кремнефторида.

5.2 **Реактивы и растворы**

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная, разбавленная 1:1.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота хлорная, насыщенная борной кислотой: 57 %-ную хлорную кислоту (1:1) или неразбавленную 36 %-ную нагревают до 50—60 °С и насыщают борной кислотой.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

5.3 **Разложение флюса хлорной кислотой**

5.3.1 Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 30 $см^3$ хлорной кислоты (1:1), 5 $см^3$ азотной и 10 $см^3$ фтористоводородной кислот и выпаривают до появления обильных паров хлорной кислоты.

Обмывают водой стенки чашки, приливают 10—20 $см^3$ хлорной кислоты, насыщенной борной кислотой, и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают 2—3 мин при температуре 750—800 °С.

Прокаленный остаток сплавляют с 4—5 г пиросернокислого калия при температуре 750—800 °С в течение 3—5 мин. Плав выщелачивают в 50 $см^3$ соляной кислоты (1:1) при нагревании. Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и водой доводят до метки.

Раствор используют для определения оксида марганца (II), оксида железа (III), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, оксида циркония, оксида титана (IV), фосфора.

5.4 **Разложение флюса серной кислотой**

5.4.1 Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 20 $см^3$ фтористоводородной кислоты, 10 $см^3$ серной кислоты (1:1). Содержимое чашки нагревают до разложения навески, приливают 5 $см^3$ азотной кислоты и выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты. Остаточные пары серной кислоты отгоняют, держа чашку в муфеле при температуре 950—1050 °С в течение 2—3 мин. Чашку охлаждают, приливают 50—60 $см^3$ соляной кислоты (1:1) и нагревают до растворения солей. Если на дне чашки останутся неразрушенные частицы флюса, то их отфильтровывают и сплавляют с пиросернокислым калием по 4.3.1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и водой доводят до метки.

Раствор используют для определения оксида марганца (II), оксида железа (III), оксида алюминия, оксида кальция, оксида магния, фосфора.

УДК 621.791.048:006.354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: флюсы сварочные плавленые, метод разложения флюсов, плавление, растворение в кислоте, навеска, раствор

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *А С Черноусова*
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 0,77 Тираж 237 экз С3431 Зак 627

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