ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ

ГОСТ 22974.14—90

Издание официальное

БЗ 10—90/821

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.048.001.4 : 006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения содержания влаги

Melted welding fluxes. Method for determination of moisture content

ГОСТ 22974.14—90

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.97

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения массовой доли влаги от 0,01% до 1,0% в сварочных плавленых флюсах.

Метод основан на нагревании в трубчатой печи при температуре 1000°С в токе кислорода анализируемого материала, превращении всего содержащегося в нем водорода во влагу и ее гравиметрическом определении после поглощения перхлоратом магния (ангидроном). Для предотвращения ошибок анализа выделяющиеся газообразные соединения фтора поглощаются монооксидом свинца на выходе из трубки.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22974.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения влаги (черт. 1) состоит из баллона с кислородом (*1*) по ГОСТ 5583, снабженного редукционным вентилем пуска и регулировки тока кислорода; редуктора манометра *2* — тонкой регулировки кислорода; предохранительной колбы *3*, которая в случае избыточного давления в камере сгорания предотвращает попадание серной кислоты в резиновые трубки, соединяющие аппарат с редукционным клапаном; системы очистки и осушки кислорода; промывочной колбы *4* с сер-

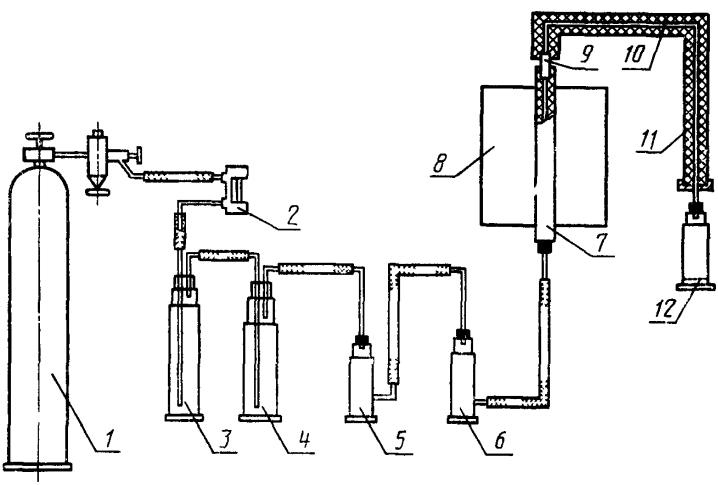
Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

ной кислотой; сушильных колонок *5* и *6*, заполненных гранулированной гидроокисью натрия и перхлоратом магния; фарфоровой трубки *7* длиной 500 мм и внутренним диаметром 20—25 мм; трубчатой печи 5 марки СУОЛ — 0.25.1/12—МI; асбестовой пробки (*9*), пропитанной монооксидом свинца, нагретой до температуры 800°С; медной трубки *10*, нагретой до температуры 110—120°С; Г-образного трубопровода *11*; абсорбционной колбы *12* с перхлоратом магния (ангидроном). Г-образный трубопровод изготовлен из аустенитной нержавеющей стали и состоит из двух симметричных разъемных частей, общая длина трубопровода 750 мм. Спиральный нагреватель располагают вокруг и вдоль изогнутой по профилю трубопровода медной трубки, одновременно изолируя витки нагревателя асбестовым шнуром ШАОН-3, пропитанным жидким стеклом. Трубку с нагревателем оплетают лентой из фторопласта и укладывают в нижнюю часть корпуса трубопровода, предварительно выложенную каолиновой ватой, сверху трубку с нагревателем также прикрывают каолиновой ватой и закрывают верхнюю часть корпуса трубопровода. Обе части корпуса скрепляют винтами через отверстия в ушках, приваренных к нижней и верхней частям трубопровода.

Допускаются нагреватели и абсорбционные колбы других конструкций, обеспечивающие требуемую точность анализа.



Черт. 1

Крючок, с помощью которого лодочки помещают в трубку и извлекают из нее, изготовлен из жаропрочной проволоки диаметром 3—5 мм и длиной 400—600 мм.

Для установки пробки в фарфоровую трубку используют специальный толкатель с фиксатором.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, не ниже 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Для определения массовой доли влаги от 0,01 до 0,03% следует использовать лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104 не ниже 1-го класса точности.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

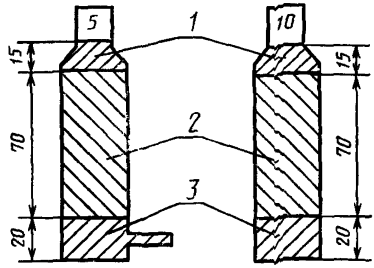
Магния перхлорат по ТУ 6-09-3880.

Вата каолиновая или асбест волокнистый по ТУ 6-09-4010.

Свинец монооксид (II) по ТУ 6-09-5382.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Заливают в промывочную колбу *4* 125 см³ серной кислоты. Сушильные колонки *5* и *6*, а также абсорбционную колбу *12* готовят к работе в соответствии с черт. 2. Масса абсорбционной колбы в подготовленном виде (70±2) г. Перхлорат магния не должен насыпаться плотно. Абсорбционная колба диаметром 30 мм имеет в нижней части 5—6 отверстий диаметром (1±±0,2) мм. Высота абсорбционной колбы 105 мм.

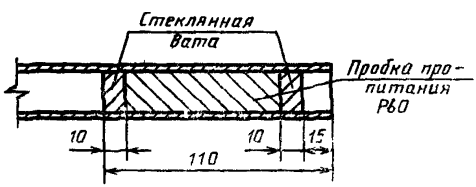


1 — стеклянная вата; *2* — абсорбент; *3* — стеклянная вата

Черт. 2

В прокаленную по всей длине фарфоровую трубку помещают пробку, пропитанную монооксидом свинца. Пробку *9* из длинно-

волокнистого асбеста или каолиновой ваты, предварительно прокаленных при 400°С в течение 30 мин, готовят следующим образом: на стальную щетку насыпают равномерный слой волокнистого асбеста или каолиновой ваты и равномерно покрывают асбест монооксидом свинца. Трением двух стальных щеток обеспечивают равномерное распределение монооксида свинца по асбесту. Избыток монооксида свинца стряхивают на сите. На пропитку 100 г асбеста требуется около 100 г монооксида свинца. 4,5—5,0 г пропитанного асбеста (каолиновой ваты) достаточно для образования пробки. С двух сторон от пробки помещают стеклянную вату по 10 мм с каждой стороны (черт. 3).



Черт. 3

Постоянство расхода кислорода определяют ротаметром *2*, который устанавливают перед предохранительной колбой. Подача кислорода через систему происходит со скоростью 175—225 см³/мин.

Перед началом работы нагревают печь до температуры 1000°С и проверяют установку на герметичность. Для этого подсоединяют вместо абсорбционной колбы (*12*) стеклянную трубку, конец которой опускают в чашку с водой и прерывают подачу кислорода, зажав шланг перед предохранительной колбой. Если вода в стеклянной трубке не поднимается, то система герметична.

Концы спирального нагревателя, расположенного вокруг и вдоль изогнутой по профилю трубопровода *11* медной трубки *10* подсоединяют к латру РНО-250-2 и задают напряжение так, чтобы температура на выходе из медной трубки была 110—120°С.

Фарфоровые лодочки № 2 по ГОСТ 9147 или кварцевые лодочки (длина — 100—120 мм, ширина — 15—20 мм, высота — 10 мм) прокаливают в токе кислорода при температуре 1000°С непосредственно перед работой.

Перед началом работы устанавливают среднее значение холостого опыта. После того как температура печи достигнет 1000°С

пропускают кислород с расходом 175—225 см³/мин, взвешивая абсорбционную колбу *12* через каждые 5—7 мин. Установка готова к использованию при разнице в массе между каждым взвешиванием не более 0,2—0,4 мг. Значение холостого опыта более 0,4 мг свидетельствует о необходимости профилактики установки. Для этого необходимо заменить реактивы, используемые для осушки кислорода (серную кислоту, гидроокись натрия и перхлорат магния) и прочистить от загрязнения все узлы установки.

Пробка *9* обеспечивает задержку фторидов для большого количества анализов. Контроль за работоспособностью пробки осуществляется по изменению цвета перхлората магния в абсорбционной колбе (*12*), вызванного проникновением фторидов.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой, установленной в зависимости от массовой доли влаги по табл. 1, помещают в фарфоровую или кварцевую лодочку.

Таблица 1

Массовая доля влаги, %	Масса навески флюса, г
От 0,01 до 0,03 включ.	7—10
Св. 0,03 » 0,07 »	4— 7
» 0,07 » 0,2 »	2— 4
» 0,2 » 1,0 »	0,5—2,0

Лодочку с помощью крючка вводят в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки (*7*) и плотно закрывают трубку резиновой пробкой, через которую пропущена трубка для подачи кислорода. Влага, выделенная из пробы, дистиллируется в абсорбционную колбу (*12*), в то время как побочные летучие продукты и фтористые соединения поглощаются монооксидом свинца на выходе из трубки. Пробу оставляют в печи до тех пор, пока в верхней части стеклянной трубки абсорбционной колбы (*12*) не останется следов конденсата (не более 5—7 мин). Затем герметизируют абсорбционную колбу *12*, закрывая верхнее отверстие пробкой, нижние отверстия для выхода кислорода плотно прилегающим резиновым кольцом и взвешивают. Удаляют проанализированную пробу из печи, подсоединяют абсорбционную колбу *12* к установке и начинают анализ следующей пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю влаги (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m_н} \cdot 100,$$

где m_1 — масса абсорбционной колбы после анализа, г;

m_0 — масса той же колбы до проведения анализа, г;

$m_н$ — масса навески анализируемого флюса, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля влаги, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,004
Св. 0,02 » 0,05 »	0,008
» 0,05 » 0,10 »	0,01
» 0,10 » 0,50 »	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,10

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством тяжелого машиностроения**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   П. Л. Бабушкин, В. Ю. Персиц, Ю. А. Марголин (руководители темы), **О. Б. Зеленова, С. С. Огняник**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.12.90 № 3364**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 5538—78	2
ГОСТ 9147—80	3
ГСОТ 22974.0—85	1
ГОСТ 24104—88	2
ТУ 6—09—3880—75	2
ТУ 6—09—4010—75	2
ТУ 6—09—5382—88	3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Е. А. Богачкова*

gost.e-ecolog.ru

Подп. к печ. 12.03 91 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,37 уч.-изд. л. Тираж 7000 экз. Цена 20 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 83