

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ

Методы разложения флюсов
Melted welding fluxes.
Methods of flux decomposition

ГОСТ
22974.1-85

ОКСТУ 0809

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

с 01.01.87

до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

(иус 9-91)

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. МЕТОД РАЗЛОЖЕНИЯ ФЛЮСОВ ПЛАВЛЕНИЕМ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на сплавлении навески флюса со смесью калия углекислого — натрия углекислого и тетрабората натрия или борной кислоты, растворении плава в соляной кислоте и выделении образовавшейся кремниевой кислоты при помощи желатина.

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.

Калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный: натрий тетраборнокислый помещают в платиновую чашку и в муфельной печи медленно нагревают до 400—450 °С. Затем пористую массу по охлаждению растирают и помещают в банку с притертой пробкой.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

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

2.3. Разложение флюса плавлением

2.3.1. 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 см³ и разлагают в 50 см³ 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 см³ раствора желатина и разбавляют до объема 50 см³.

Раствор помещивают в течение 3—5 мин стеклянной палочкой и оставляют в теплом месте при температуре 70—50 °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 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают при температуре 950—1050 °С в течение 3—5 мин. Остаток в тигле сплавляют с 0,2 г калия пиросерноокислого в течение 3—5 мин. Плав растворяют в 5—10 см³ соляной кислоты (1:1) и присоединяют к основному раствору. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ 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.

3. МЕТОД КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ФЛЮСОВ

3.1. Сущность метода

Метод основан на разложении флюсов в смеси хлорной или

серной, азотной и фтористоводородной кислот при удалении кремния в виде кремнефторида.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная, разбавленная 1:1.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

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 пироксерникоксид по ГОСТ 7172—76.

3.3. Разложение флюса хлорной кислотой

3.3.1. Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 30 см³ хлорной кислоты (1:1), 5 см³ азотной и 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до появления обильных паров хлорной кислоты.

Обмывают водой стенки чашки, приливают 10—20 см³ хлорной кислоты, насыщенной борной, и выпаривают досуха. Сухой остаток прокалывают 2—3 мин при температуре 750—800 °С.

Прокаленный остаток сплавляют с 4—5 г пироксерникоксидного калия при температуре 750—800 °С в течение 3—5 мин. Плав выщелачивают в 50 см³ соляной кислоты (1:1) при нагревании. Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ 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.

3.4. Разложение флюса серной кислотой

3.4.1. Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 20 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ серной кислоты (1:1). Содержимое чашки нагревают до разложения навески, приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты. Остаточные пары серной кислоты отгоняют, держа чашку на весу в муфеле при температуре 950—1050 °С в течение 2—3 мин. Чашку охлаждают, приливают 50—60 см³ соляной кислоты (1:1) и нагревают до растворения солей. Если на дне чашки останутся неразрушенные частицы флюса, то их отфильтровывают и сплавляют с калием пироксерникоксидным по п. 2.3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ 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.