

## 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 пироксернокислый 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/см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> и разлагают в 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора желатина и разбавляют до объема 50 см<sup>3</sup>.

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 прокалывают в течение 15—20 мин при температуре 950—1050 °С. В охлажденный тигель прибавляют 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокалывают при температуре 950—1050 °С в течение 3—5 мин. Остаток в тигле сплавляют с 0,2 г калия пироксернокислого в течение 3—5 мин. Плав растворяют в 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и присоединяют к основному раствору. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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 пироксерноокислый 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 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> азотной и 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до появления обильных паров хлорной кислоты.

Обмывают водой стенки чашки, приливают 10—20 см<sup>3</sup> 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 пироксерноокислого калия при температуре 750—800 °С в течение 3—5 мин. Плав выщелачивают в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) при нагревании. Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1). Содержимое чашки нагревают до разложения навески, приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и нагревают до растворения солей. Если на дне чашки останутся неразрушенные частицы флюса, то их отфильтровывают и сплавляют с калием пироксерноокислым по п. 2.3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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.