

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ

Методы определения фторида кальция

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

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 22974.11–96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.11–85

© 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

II

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ**Методы определения фторида кальция**

Melted welding fluxes.
Methods of calcium fluoride determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пирогидролизный и титриметрический комплексометрический методы определения фторида кальция при содержании от 1,5 до 65 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 1027—67 Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 3770—75 Аммоний углекислый. Технические условия
- ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 4463—76 Натрий фтористый. Технические условия
- ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид. Технические условия
- ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленные. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

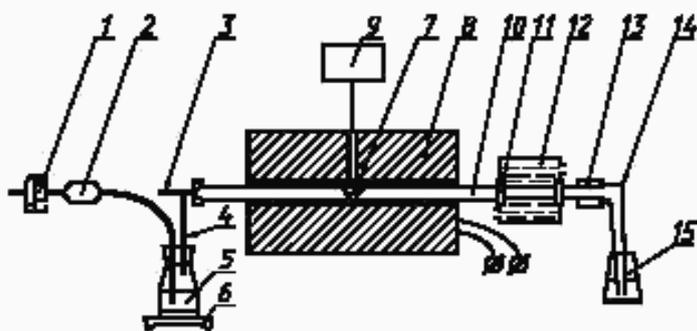
Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Пирогидролизный метод определения фторида кальция**4.1 Сущность метода**

Метод основан на разложении фторида кальция парами воды при температуре 1300 °С в присутствии катализатора. Выделившаяся фтористоводородная кислота с избытком пара увлекается в приемник, где титруется гидроксидом натрия.

Издание официальное

1



1 — промывная склянка для очистки воздуха или кислорода, заполненная раствором гидроксида натрия массовой концентрации 0,2 г/см³; 2 — шарообразная трубка, заполненная стеклянной ватой для улавливания капели воды со щелочью; 3 — нержавеющая трубка наружным диаметром 20 мм и внутренним — 18 мм, длиной 220 мм, которая входит в трубку 10 и герметично крепится хомутом; 4 — нержавеющая трубка диаметром 10 мм, приваренная к трубке 3; 5 — колба для получения пара; 6 — электрическая плитка; 7 — фарфоровая лодочка № 2 по ГОСТ 9147, предварительно прокаленная в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 4—5 ч; 8 — трубчатая электропечь с карборундовым нагревателем, обеспечивающая температуру (1300±20) °С и установленная с наклоном 4° в сторону приемника; 9 — пирометр; 10 — фарфоровая или кварцевая трубка внутренним диаметром 20—22 мм; 11, 13 — резиновый уплотнитель; 12 — бачок для охлаждения трубки водой; 14 — форитос; 15 — приемник для титрования фтористоводородной кислотой

Рисунок 1 — Установка для определения содержания фторида кальция

Кислота соляная по ГОСТ 3118 молярной концентрации 0,02 моль/дм³ (фиксанал).

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия устанавливают по стандартному образцу флюса. Анализ стандартного образца проводят в тех же условиях, что и анализ исследуемого образца.

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия T , г/см³ фторида кальция, вычисляют по формуле

$$T = \frac{Cm}{V100}, \quad (1)$$

где C — массовая доля фторида кальция в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см³.

Массовую концентрацию гидроксида натрия можно устанавливать по титрованному раствору соляной кислоты (фиксаналу): 25 см³ раствора кислоты молярной концентрации 0,02 моль/дм³ помещают в колбу для титрования, прибавляют 2—3 капли смешанного индикатора и титруют раствором щелочи до перехода розовой окраски в зеленую.

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия T , г/см³ фторида кальция, вычисляют по формуле

$$T = \frac{39,04}{5 \cdot 1000} \cdot k, \quad (2)$$

где k — отношение V_1 к V_2 ;

V_1 — объем соляной кислоты молярной концентрации 0,02 моль/дм³;

V_2 — объем щелочи.

4.3 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,1—0,2 г помещают в фарфоровую лодочку, содержащую 0,2—0,4 г оксида алюминия. Содержимое лодочки тщательно перемешивают. Лодочку помещают в фарфоровую трубку, нагретую до температуры 1250—1350 °С, и закрывают трубку резиновой пробкой. В фарфоровую трубку через отросток трубки 3 подают воздух или кислород со скоростью 3—5 пузырьков в секунду одновременно с водяным паром.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения содержания фторида кальция (рисунок 1).

Крючок, с помощью которого лодочки помещают в трубку и извлекают из нее, изготовлен из жаропрочной проволоки диаметром 3—5 мм, длиной 500—600 мм.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 0,2 г/см³ и раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³.

Алюминия оксид безводный, прокаленный при температуре 1100 °С в течение 1 ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метиловый красный (индикатор).

Метиленовый голубой (индикатор).

Смешанный индикатор: 0,125 г метилового красного и 0,083 г метиленового голубого растворяют в 100 см³ этилового спирта; хранят в темной склянке.

Образовавшаяся при пиролизе фтористоводородная кислота поступает в приемник 15, куда предварительно влило 50 см³ воды и 5—6 капель смешанного индикатора.

Фтористоводородную кислоту титруют раствором гидроксида натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ до изменения окраски из сиреневой в зеленую. Заканчивают титрование, когда цвет раствора не меняется в течение 2 мин.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю фторида кальция X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{T V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где T — массовая концентрация раствора гидроксида натрия, г/см³ фторида кальция;

V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см³;

m — масса навески флюса, г.

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фторида кальция приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

| Массовая доля фторида кальция | Δ | Допускаемое расхождение | | | δ |
|-------------------------------|----------|-------------------------|-------|-------|----------|
| | | d_1 | d_2 | d_3 | |
| От 1,5 до 2 включ. | 0,16 | 0,20 | 0,16 | 0,20 | 0,10 |
| Св. 2 * 5 * | 0,24 | 0,30 | 0,25 | 0,31 | 0,16 |
| * 5 * 10 * | 0,4 | 0,5 | 0,4 | 0,5 | 0,2 |
| * 10 * 20 * | 0,5 | 0,6 | 0,5 | 0,6 | 0,3 |
| * 20 * 50 * | 0,8 | 1,0 | 0,8 | 1,0 | 0,5 |
| * 50 * 65 * | 1,1 | 1,4 | 1,2 | 1,4 | 0,7 |

5 Титриметрический комплексометрический метод определения фторида кальция

5.1 Сущность метода

Метод основан на осаждении ионов фтора в виде фторхлорида свинца. Избыток свинца титруют раствором трилона Б.

5.2 Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор массовой концентрации 0,05 г/см³.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор массовой концентрации 0,025 г/см³.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор массовой концентрации 0,05 г/см³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кремния (IV) диоксид по ГОСТ 9428.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор массовой концентрации 0,001 г/см³.

Эриохром черный Т (индикатор): 0,2 г индикатора растирают с 20 г хлористого калия.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм³: 9,3 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, стандартный раствор: 2,210 г фторида натрия растворяют в воде и разбавляют до 1000 см³ водой в мерной колбе. Раствор имеет массовую концентрацию фтора 0,001 г/см³.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по фтору: 50 см³ стандартного раствора переносят в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 10 капель уксусной кислоты, 20 см³ раствора хлористого натрия и из бюретки 25 см³ раствора уксуснокислого свинца. Раствор переме-

шивают, нагревают до температуры 60—70 °С, снова перемешивают до выпадения осадка, после чего оставляют на 12 ч.

Раствор с выпавшим осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и фильтруют в сухой стакан через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают 50—100 см³ фильтрата в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ винной кислоты, 10 см³ аммиака (1 : 1), добавляют 0,1 г индикатора эриохрома черного Т и титруют избыток свинца раствором трилона Б до перехода окраски из сиренево-фиолетовой в ярко-голубую.

Массовую концентрацию трилона Б C , г/см³ фторида кальция, вычисляют по формуле

$$C = \frac{0,001 V_1 2,055}{V_2 - V_3 k}, \quad (4)$$

где V_1 — объем стандартного раствора фторида натрия, см³;

2,055 — коэффициент пересчета фтора на фторид кальция;

V_2 — объем раствора уксуснокислого свинца, взятого с избытком, см³;

V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование избытка уксуснокислого свинца, см³;

k — соотношение между объемами растворов уксуснокислого свинца и трилона Б.

Определяют соотношение k : 5 см³ раствора уксуснокислого свинца помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ воды, 10 см³ винной кислоты, 10 см³ аммиака (1 : 1), 0,1 г индикатора эриохрома черного Т и титруют до перехода окраски из сиренево-фиолетовой в ярко-голубую.

Соотношение k вычисляют по формуле

$$k = \frac{V_4}{V_5}, \quad (5)$$

где V_4 — объем раствора уксуснокислого свинца, взятого на титрование, см³;

V_5 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³.

5.3 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5 г (при массовой доле фтористого кальция 1,5—40 %) или 0,25 г (при массовой доле фтористого кальция 40—65 %) смешивают с 0,2 г диоксида кремния и 5 г безводного углекислого натрия и сплавляют в платиновом тигле с крышкой при температуре 950—1050 °С в течение 20—30 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали.

Тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, приливают 50 см³ горячей воды, накрывают стеклом и выдерживают в теплом месте до полного разложения плава.

Тигель извлекают из стакана и обмывают несколько раз водой. Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют в сухую колбу через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первую порцию фильтрата. Отбирают 50 см³ фильтрата в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого и подкисляют азотной кислотой (1 : 1) до оранжевой окраски, прибавляют 4—5 г углекислого аммония и кипятят до удаления запаха аммиака (при этом кремниевая кислота выделяется в виде студенистого осадка). Раствор отфильтровывают в стакан вместимостью 300 см³ через вату и промывают 8—10 раз горячей водой. Фильтрат подкисляют по метиловому оранжевому азотной кислотой (1 : 1) до изменения окраски раствора, прибавляют 10 капель уксусной кислоты, 20 см³ раствора хлористого натрия и из бюретки 25—50 см³ раствора уксуснокислого свинца. Раствор перемешивают, нагревают до температуры 60—70° С, снова перемешивают до выпадения осадка, после чего оставляют на 12 ч.

Раствор с выпавшим осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и фильтруют в сухой стакан через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

50—100 см³ фильтрата переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ винной кислоты, 10 см³ аммиака (1 : 1), добавляют 0,1 г индикатора эриохрома черного Т и титруют избыток свинца раствором трилона Б до перехода окраски из сиренево-фиолетовой в ярко-голубую.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю фтористого кальция X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1 k) C}{m} \cdot 100, \quad (6)$$

где V — объем раствора уксуснокислого свинца, взятого для осаждения фтор-иона, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование избытка уксуснокислого свинца, см³;

k — соотношение между объемами растворов уксуснокислого свинца и трилона Б;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ фторида кальция;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фторида кальция приведены в таблице 1.

Ключевые слова: метод определения, фторид кальция, массовая доля, реактивы, раствор, метод анализа, гидроксид натрия, кислота, нормы точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.И. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07.99. Подписано в печать 01.09.99. Усл. пещ. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Тираж 229 экз. С/Д 3713. Зак. 814.

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