

# **ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ**

## **Методы определения оксида кремния**

Издание официальное

## 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 22974.2—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.2—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

## ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ

## Методы определения оксида кремния

Melted welding fluxes.  
Methods of silicon oxide determination

Дата введения 2000—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения оксида кремния (при массовой доле оксида кремния от 10 до 50 %), фотометрический метод определения оксида кремния (при массовой доле оксида кремния от 5 до 20,0 %) и гравиметрический метод определения оксида кремния с доопределением в фильтрате остаточного оксида кремния фотометрическим методом (при массовой доле оксида кремния от 10 до 50 %).

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернистая 5-водная. Технические условия
- ГОСТ 4197—74 Натрий азотистокислый. 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 6344—73 Тиомочевина. Технические условия
- ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия
- ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид. Технические условия
- ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 11293—89 Желатин пищевой. Технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавные. Общие требования к методам анализа
- ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавные. Методы разложения флюсов

**3 Общие требования**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

**4 Гравиметрический метод определения оксида кремния****4.1 Сущность метода**

Метод основан на сплавлении навески флюса со смесью калия углекислого — натрия углекислого и натрия тетраборнокислого или борной кислоты, разложении плава в соляной кислоте и выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок выпариванием раствора досуха. Массовую

долю оксида кремния определяют по разнице масс до и после обработки фтористоводородной кислотой.

Этот метод не пригоден при наличии оксида титана свыше 5 %.

#### 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.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный по ГОСТ 22974.1.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор массовой концентрации 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.

#### 4.3 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5 г сплавляют с 6 г плавня в платиновом тигле с крышкой при 950—1050 °С в течение 30 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали.

Тигель, крышку и плав помещают в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см, приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Для предупреждения разбрызгивания чашку накрывают стеклом. После разложения плава тигель и крышку извлекают и тщательно обмывают водой. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20—25 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 20—25 см<sup>3</sup> метилового или этилового спирта. Раствор выпаривают досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой и спиртом повторяют. К сухому остатку приливают 20—25 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой. Осадок сохраняют. Из фильтра вновь выделяют остатки кремниевой кислоты, как описано выше, но без обработки спиртом. Осадок сохраняют.

Фильтрат выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 30—35 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 7—10 см<sup>3</sup> желатина, перемешивают, оставляют на 10—15 мин. Приливают 50—60 см<sup>3</sup> горячей воды, перемешивают и отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий фильтробумажную массу.

Осадок кремниевой кислоты промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой.

Осадки кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, прокалывают при 950—1050 °С 30—35 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы. К прокаленному осадку приливают 5—10 капель серной кислоты (1:1), 5—8 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток прокалывают при 950—1050 °С в течение 3—5 мин, охлаждают и взвешивают.

#### 4.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида кремния  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m_1$  — масса тигля с прокаленным осадком оксида кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

$m_2$  — масса тигля с прокаленным остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

$m_3$  — масса тигля с прокаленным осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

$m_4$  — масса тигля с прокаленным остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

$m$  — масса навески флюса, г.

4.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида кремния приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

| Массовая доля оксида кремния | $\Delta$ | Допускаемое расхождение |       |       | $\delta$ |
|------------------------------|----------|-------------------------|-------|-------|----------|
|                              |          | $d_1$                   | $d_2$ | $d_3$ |          |
| От 5 до 10 включ.            | 0,21     | 0,26                    | 0,22  | 0,27  | 0,14     |
| Св. 10 * 20 *                | 0,30     | 0,40                    | 0,30  | 0,40  | 0,20     |
| * 20 * 50 *                  | 0,50     | 0,60                    | 0,50  | 0,60  | 0,30     |

## 5 Фотометрический метод определения оксида кремния

### 5.1 Сущность метода

Ионы кремния в слабокислой среде реагируют с молибденовокислым аммонием, образуя кремнемolibденовую гетерополиоксиду желтого цвета. При восстановлении последней тиомочевинной в присутствии катализатора — сернистой меди — возникает окраска молибденовой сини за счет восстановления молибдена, входящего в состав гетерополиоксиды. Интенсивность окраски молибденовой сини измеряют при длине волны 810 нм на спектрофотометре или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

### 5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,15 и 8 моль/дм<sup>3</sup>. Готовят растворы: 0,15 моль/дм<sup>3</sup> — 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>, 8 моль/дм<sup>3</sup> — 230 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Медь (II) сернистая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор: 20 г сернистой меди растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 15 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и разбавляют до 1000 см<sup>3</sup>.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 0,02 г/см<sup>3</sup>.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный по ГОСТ 22974.1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор массовой концентрации 0,07 г/см<sup>3</sup>.

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор массовой концентрации 0,05 г/см<sup>3</sup>. Для перекристаллизации 250 г реактива растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 70—80 °С, раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают при перемешивании 300 см<sup>3</sup> этилового спирта, дают осадку отстояться в течение 1 ч и отфильтровывают его на фильтр «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

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

Стандартные растворы оксида кремния.

Раствор А: 0,2 г прокаленного при 950—1050 °С до постоянной массы оксида кремния сплавляют в платиновом тигле с крышкой с 2 г натрия углекислого безводного при температуре 950—1050 °С в течение 15—20 мин. Охлажденный плав выщелачивают в растворе натрия углекислого массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup>. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки раствором углекислого натрия массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Раствор А с массовой концентрацией оксида кремния 0,0002 г/см<sup>3</sup> хранят в полиэтиленовой бутылке.

Массовую концентрацию раствора оксида кремния уточняют гравиметрическим методом: 100 см<sup>3</sup> раствора А переносят в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см и приливают 20—25 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты,

нагревают, приливают 70—80 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества фильтровальной массы. Осадок промывают 3—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и еще 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат и промывную жидкость переносят в фарфоровую чашку, в которой проводят осаждение кремниевой кислоты, и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 7—10 см<sup>3</sup> желатина, перемешивают, оставляют на 10—15 мин. Приливают 50—60 см<sup>3</sup> горячей воды, перемешивают и отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий фильтровальную массу.

Осадок кремниевой кислоты промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой (5:95) и 2—3 раза горячей водой.

Осадки кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат и прокалывают при температуре 950—1050 °С 30—35 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. К прокаленному осадку приливают 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, охлаждают и взвешивают.

Массовую концентрацию раствора оксида кремния  $C$ , г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{100}, \quad (2)$$

где  $m_1$  — масса тигля с осадком оксида кремния, г;

$m_2$  — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

$m_3$  — масса тигля с осадком в контрольном анализе, г;

$m_4$  — масса тигля с остатком в контрольном анализе после обработки фтористоводородной кислотой, г;

100 — объем раствора А, см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

Раствор Б имеет массовую концентрацию оксида кремния 0,00005 г/см<sup>3</sup>.

### 5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску флюса массой 0,1 г сплавляют в платиновом тигле с 3 г плавня при температуре 950—1050 °С в течение 10—15 мин. Охлажденный тигель с плавом помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, в который предварительно налито 150 см<sup>3</sup> воды и 15 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. После разложения плава тигель и крышку вынимают, обмывая их над стаканом. Если раствор окрашен в розовый цвет, то прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до его обесцвечивания. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и снова переносят в полиэтиленовый стакан.

Отбирают аликвотную часть раствора 3—10 см<sup>3</sup> (в зависимости от содержания оксида кремния во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации 0,15 моль/дм<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 0,05 г/см<sup>3</sup>. Раствор перемешивают и дают постоять в течение 10 мин для полного развития желтой окраски. Затем приливают 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации 8 моль/дм<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> раствора сернокислой меди и 25 см<sup>3</sup> раствора тиомочевина, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения служит контрольная проба, проведенная через все стадии анализа.

Массу оксида кремния находят по градуировочному графику.

#### 5.3.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> последовательно вносят 1; 2; 3; 4; 5; 6 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г оксида кремния.

В седьмую колбу, используемую для приготовления раствора сравнения, вносят 2 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup>. Приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации 0,15 моль/дм<sup>3</sup> и далее проводят анализ по 5.3.1.

#### 5.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида кремния  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $m$  — масса оксида кремния, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида кремния приведены в таблице 1.

### 6 Гравиметрический метод определения оксида кремния с доопределением в фильтрате остаточной кремниевой кислоты фотометрическим методом

#### 6.1 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, выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок однократным выпариванием досуха и доопределением оставшейся в фильтрате кислоты фотометрическим методом.

#### 6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204 с молярной концентрацией эквивалента 0,15 и 8 моль/дм<sup>3</sup>. Готовят растворы: 0,15 моль/дм<sup>3</sup> — 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>; 8 моль/дм<sup>3</sup> — 230 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

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

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, массовой концентрации 0,05 г/см<sup>3</sup> (5.2).

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный по ГОСТ 22974.2.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор массовой концентрации 0,07 г/см<sup>3</sup>.

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428.

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

Стандартные растворы оксида кремния — по 5.2.

#### 6.3 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5 г сплавляют с 6 г плавления в платиновом тигле с крышкой при температуре 950—1050 °С в течение 30—35 мин. Плав выливают на полированную пластину из нержавеющей стали.

Тигель, крышку и плав помещают в фарфоровую чашку диаметром 12—13 см, приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). Для предупреждения разбрызгивания чашку накрывают стеклом. После разложения плава тигель и крышку извлекают и тщательно обмывают водой. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают, приливают 70—80 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до кипения. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (5:95) и несколько раз горячей водой. Раствор фильтруют в полиэтиленовый стакан. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки.

Отбирают аликвотную часть 20—25 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, далее — по 5.3.1; 5.3.2; 5.4.

Осадок кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, сушат, прокалывают при 950—1050 °С, далее — по 4.3, 4.4.

#### 6.4 Обработка результатов

Массовую долю оксида кремния  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = X_1 + X_2, \quad (4)$$

где  $X_1$  — массовая доля оксида кремния, определенная гравиметрически, %;

$X_2$  — массовая доля оксида кремния, определенная фотометрически, %.

6.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида кремния приведены в таблице 1.

УДК 621.791.048:006.354

МКС 77.040

В09

ОКСТУ 0809

Ключевые слова: оксид кремния, гравиметрический метод, фотометрический метод, доопределение в фильтрате остаточного оксида кремния, нормы точности

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 008.99.

Усл. печ. л. 0,93.

Уч.-изд. л. 0,80.

Тираж 232 экз.

С/Д 3718.

Зак. 820.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.

Пар № 080102