

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ**Метод определения оксида алюминия**

Melted welding fluxes.

Method of aluminium oxide determination

**ГОСТ
22974.4—85**

Взамен

ГОСТ 22974.3—78

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

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле оксида алюминия от 1,0 до 40,0 %).

Сущность метода состоит в образовании при pH 5—6 бесцветного внутрикомплексного соединения алюминия с трилоном Б, взятым в избытке. Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора дитизона или ксиленолового оранжевого до резкого перехода окраски из желтой в малиново-красную. Мешающие определению элементы железа, марганец, титан, цирконий и фосфор предварительно отделяют.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой концентрацией 0,1 и 0,2 г/см³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 0,01 и 0,2 г/см³.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, раствор с массовой концентрацией 0,025 г/см³.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823—78, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм³: 2,74 г уксуснокислого цинка растворяют в 500 см³ воды, приливают 5 см³ уксусной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм³: 4,65 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Уротропин технический ГОСТ 1381—73, раствор с массовой концентрацией 0,01 и 0,3 г/см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Метиловый красный индикатор, раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³: 0,1 г индикатора растворяют в 60 см³ этилового спирта и добавляют 40 см³ воды.

Дитизон по ГОСТ 10165—79, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,0004 г/см³ (хранить в темном месте не более 2—3 сут).

Ксиленоловый оранжевый (индикатор): 0,2 г индикатора тщательно растирают с 20 г хлористого калия.

Бумага конго.

Универсальная индикаторная бумага.

Конго красный, раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³.

Буферный раствор с pH 6,0: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см³ воды и прибавляют при постоянном перемешивании ледяную уксусную кислоту до получения pH раствора 6,0 по универсальной индикаторной бумаге. Если раствор мутный, его фильтруют.

Алюминий металлический первичный марок А 999, А 995 по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор оксида алюминия: 0,5293 г металлического алюминия растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. После полного растворения алюминия раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³ оксида алюминия.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору оксида алюминия.

Отбирают по 10 см³ стандартного раствора оксида алюминия в три конические колбы вместимостью 250 см³, приливают по 40 см³ воды, по 10 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,1 г/см³, по 20 см³ трилона Б и нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по индикатору конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую. К нейтрализованному раствору прибавляют 20 см³ раствора уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин, охлаждают, добавляют 2 см³ дитизона или 0,15—0,20 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (С), выраженную в г/см³ оксида алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V_1 - V_2 \cdot K},$$

где m — масса навески, соответствующая аликвотной части, г;

V_1 — объем раствора трилона Б, взятый в избытке, см³;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на обратное титрование избытка трилона Б, см³;

K — соотношение между раствором трилона Б и уксуснокислого цинка.

Устанавливают соотношение между раствором трилона Б и раствором уксуснокислого цинка: в три конические колбы вместимостью по 250 см³ вливают по 10 см³ раствора трилона Б, по 50 см³ воды, по 10 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,1 г/см³, нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую. Добавляют 2 см³ дитизона или 0,15—0,20 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора в малиново-красную.

Соотношение (K) между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4},$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, см³;

V_4 — объем раствора уксуснокислого цинка, см³.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Отделение полуторных окислов аммиаком
После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 50 см³ раство-

ра помещают в стакан вместимостью 300—400 см³. Если разложение флюса велось сплавлением, то удаляют фтор следующим образом: приливают 5 см³ азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см³ соляной кислоты (1:1), 150 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Затем приливают 20 см³ раствора хлористого аммония с массовой концентрацией 0,2 г/см³, нагревают до 70—80°C, добавляют 2—3 капли индикатора метилового красного и раствор аммиака до изменения окраски индикатора. Для коагуляции осадка раствор нагревают 3—5 мин, не доводя до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 2—4 раза горячим раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 0,01 г/см³, нейтрализованным по метиловому красному аммиаком. Осадок полуторных окислов смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором производилось осаждение, и растворяют в 20 см³ горячей соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения и повторно осаждают полуторные окислы аммиаком.

Осадок отфильтровывают через тот же фильтр и промывают 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 0,01 г/см³. Фильтрат после отделения полуторных окислов собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и используют для определения массовой доли общего кальция и оксида магния, а осадок — для определения оксида алюминия.

3.2. Отделение полуторных окислов уротропином

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 50 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³. Если разложение флюса велось сплавлением, то удаляют фтор следующим образом: приливают 5 см³ азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см³ соляной кислоты (1:1), 150 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей и охлаждают, если разложение флюса велось кислотой, то раствор разбавляют до 100 см³ водой, нейтрализуют раствором аммиака по метиловому красному до перехода окраски раствора из красной в желтую. Избыток аммиака нейтрализуют 2—3 каплями соляной кислоты (1:1). Растворяют выпавший осадок полуторных окислов и приливают 20 см³ раствора уротропина с массовой концентрацией 0,3 г/см³. Для коагуляции осадка раствор нагревают в течение 10—15 мин до температуры 70—80 °C. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 4—5 раз горячим раствором уротропина с массовой концентрацией 0,01 г/см³ и 4—5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды

переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и используют для определения массовой доли общего кальция и оксида магния, осадок — для определения оксида алюминия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Осадок полуторных окислов смывают в стакан, в котором производилось осаждение, фильтр обмывают 20 см³ соляной кислоты (1:1), затем хорошо смывают горячей водой. Общий объем раствора должен быть 60—70 см³. Раствор нагревают до полного растворения осадка, прибавляют 1 см³ раствора сульфида натрия с массовой концентрацией 0,025 г/см³ и нейтрализуют горячим раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,2 г/см³ по бумаге Конго при энергичном перемешивании до перехода окраски в красный цвет, затем вливают 30—40 см³ раствора гидроокиси натрия в избыток. Раствор кипятят 3—4 мин для коагуляции осадка (гидроокислов железа, титана и циркония) и охлаждают.

Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и хорошо перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть фильтрата и объем добавляемого раствора трилона Б определяют в зависимости от массовой доли оксида алюминия, приведенной в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Аликвотная часть раствора, см ³	Объем раствора трилона Б, см ³
От 1,0 до 5,0	100	10
Св. 5,0 » 20,0	100	20
» 20,0 » 30,0	100	40
» 30,0 » 40,0	50	35

Раствор нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую, приливают 20 см³ уксуснокислого буферного раствора и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают, приливают 2 см³ дитизона или 0,15—0,20 г ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем титрованного раствора трилона Б, взятый в избытке, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ оксида алюминия;

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

K — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка.

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

Таблица 2

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 1,00 до 2,00 включ.	0,10
Св. 2,00 > 4,00 >	0,15
> 4,00 > 10,00 >	0,20
> 10,0 > 20,0 >	0,3
> 20,0 > 40,0 >	0,5