

**ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ****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 01.01.87до 01.01.94**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

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

Сущность метода состоит в образовании при рН 5—6 бесцветного внутрекомплексного соединения алюминия с трилоном Б, взятым в избытке. Избыток трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора дитизона или кисленолового оранжевого до резкого перехода окраски из желтой в малиново-красную. Мешающие определению элементы железо, 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/см<sup>3</sup>.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 0,01 и 0,2 г/см<sup>3</sup>.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, раствор с массовой концентрацией 0,025 г/см<sup>3</sup>.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823—78, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 2,74 г уксуснокислого цинка растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, приливают 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup>: 4,65 г трилона Б растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Уротропин технический ГОСТ 1381—73, раствор с массовой концентрацией 0,01 и 0,3 г/см<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификированный технический по ГОСТ 18300—72.

Метиловый красный индикатор, раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup>: 0,1 г индикатора растворяют в 60 см<sup>3</sup> этилового спирта и добавляют 40 см<sup>3</sup> воды.

Дитизон по ГОСТ 10165—79, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,0004 г/см<sup>3</sup> (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/см<sup>3</sup>.

Буферный раствор с pH 6,0: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. После полного растворения алюминия раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> оксида алюминия.

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

Отбирают по 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора оксида алюминия в три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают по 40 см<sup>3</sup> воды, по 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,1 г/см<sup>3</sup>, по 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого буфера, кипятят 2—3 мин, охлаждают, добавляют 2 см<sup>3</sup> 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 (*C*), выраженную в г/см<sup>3</sup> оксида алюминия, вычисляют по формуле

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

где *m* — масса навески, соответствующая аликовотной части, г;

*V*<sub>1</sub> — объем раствора трилона Б, взятый в избытке, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>2</sub> — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на обратное титрование избытка трилона Б, см<sup>3</sup>;

*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 см<sup>3</sup> вливают по 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, по 50 см<sup>3</sup> воды, по 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,1 г/см<sup>3</sup>, нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по конго красному до перехода окраски из красной в сине-фиолетовую. Добавляют 2 см<sup>3</sup> 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*<sub>3</sub> — объем раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>4</sub> — объем раствора уксуснокислого цинка, см<sup>3</sup>.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Отделение полуторных окислов аммиаком  
После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 50 см<sup>3</sup> раство-

ра помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>. Если разложение флюса велось сплавлением, то удаляют фтор следующим образом: приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 150 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Затем приливают 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония с массовой концентрацией 0,2 г/см<sup>3</sup>, нагревают до 70—80°C, добавляют 2—3 капли индикатора метилового красного и раствор амиака 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/см<sup>3</sup>, нейтрализованным по метиловому красному амиаком. Осадок полуторных окислов смывают с фильтра горячей водой в стакан, в котором производилось осаждение, и растворяют в 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения и повторно осаждают полуторные окислы амиаком.

Осадок отфильтровывают через тот же фильтр и промывают 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>. Фильтрат после отделения полуторных окислов собирают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>. Если разложение флюса велось сплавлением, то удаляют фтор следующим образом: приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и выпаривание повторяют. Раствор охлаждают, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 150 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей и охлаждают, если разложение флюса велось кислотой, то раствор разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой, нейтрализуют раствором амиака по метиловому красному до перехода окраски раствора из красной в желтую. Избыток амиака нейтрализуют 2—3 каплями соляной кислоты (1:1). Растворяют выпавший осадок полуторных окислов и приливают 20 см<sup>3</sup> раствора уротропина с массовой концентрацией 0,3 г/см<sup>3</sup>. 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/см<sup>3</sup> и 4—5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды

переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), затем хорошо смывают горячей водой. Общий объем раствора должен быть 60—70 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до полного растворения осадка, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора сульфида натрия с массовой концентрацией 0,025 г/см<sup>3</sup> и нейтрализуют горячим раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,2 г/см<sup>3</sup> по бумаге Конго при энергичном перемешивании до перехода окраски в красный цвет, затем вливают 30—40 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия в избыток. Раствор кипятят 3—4 мин для коагуляции осадка (гидрооксидов железа, титана и циркония) и охлаждают.

Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и хорошо перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликовтную 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, %	Аликовтная часть раствора, см <sup>3</sup>	Объем раствора трилона Б, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup> уксуснокислого буферного раствора и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают, приливают 2 см<sup>3</sup> 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,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б,  $\text{см}^3$ ;

$C$  — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в  $\text{г}/\text{см}^3$  оксида алюминия;

$m$  — масса навески, соответствующая аликовотной 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.	
Св. 2,00 > 4,00 >	0,10
> 4,00 > 10,00 >	0,15
> 10,0 > 20,0 >	0,20
> 20,0 > 40,0 >	0,3
	0,5