

ГОСТ 22974.10—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ

Методы определения оксида натрия и оксида калия

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 22974.10—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.10—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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	1
4 Пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида натрия и оксида калия	1

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ**Методы определения оксида натрия и оксида калия**

Melted welding fluxes. Methods of sodium and potassium oxides determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида натрия и оксида калия при содержании от 0,2 до 5 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. 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 Пламенно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида натрия и оксида калия**4.1 Сущность методов**

4.1.1 Пламенно-фотометрический метод основан на введении анализируемого раствора в виде аэрозоля посредством специального распыления в пламя горелки, работающей на бутан-пропане. Возникшее в пламени излучение определяемого элемента отделяется посредством светофильтра или монохроматора от излучения других элементов и, попадая на фотоэлемент, вызывает фототок, который измеряется гальванометром. При определенных условиях отсчеты по гальванометру пропорциональны концентрации определяемого элемента в растворе.

4.1.2 Атомно-абсорбционный метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами натрия и калия, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

4.2.1 При пламенно-фотометрическом методе

Пламенный фотометр.

Баллон со сжиженным газом.

4.2.2 При атомно-абсорбционном методе

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Лампы с полым катодом для определения натрия и калия.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, стандартный раствор: 0,7915 г хлористого калия, предварительно высушенного при температуре (100 ± 5) °С до постоянной массы, растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор имеет массовую концентрацию оксида калия 0,001 г/см³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, стандартный раствор: 0,943 г хлористого натрия, высушенного при температуре (110 ± 5) °С до постоянной массы, растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор имеет массовую концентрацию оксида натрия 0,001 г/см³.

4.3 Подготовка к анализу

Перед работой приборы настраиваются на резонансную линию: для натрия — 587,60 нм; для калия — 766,50 нм.

4.4 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,1 г помещают в чашку из платины или стеклоуглерода, смачивают 0,5—1,0 см³ воды, прибавляют 5 см³ фтористоводородной кислоты и 10—20 капель серной кислоты (1:1). Просушивают, нагревают до полного удаления паров серной кислоты. К сухому остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1) и 10 см³ воды. Раствор нагревают до полного растворения сернокислых солей

Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Растворы распыляют на пламенном фотометре или атомно-абсорбционном спектрофотометре до получения постоянных показаний для каждого раствора. Перед всасыванием измеряемого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нуля прибора.

По градуировочному графику находят массу оксида калия и оксида натрия в испытываемом растворе в граммах.

4.5 Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 100 см³ последовательно вносят 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартных растворов, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005; 0,006 г оксида натрия и оксида калия. Приливают по 5 см³ соляной кислоты (1:1), доводят водой до метки и перемешивают.

Растворы распыляют на пламенном фотометре или атомно-абсорбционном спектрофотометре в порядке увеличения массовых долей. Перед распылением каждого раствора распыляют воду.

4.6 Обработка результатов

4.6.1 Массовую долю оксида натрия и оксида калия X , %, вычисляют по формуле

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

где m — масса оксида натрия или оксида калия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески флюса, г.

4.6.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида натрия и оксида калия приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида натрия или оксида калия	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		d_k	d_2	d_3	
От 0,2 до 0,5 включ.	0,06	0,07	0,06	0,08	0,04
Св. 0,5 » 1 »	0,08	0,11	0,09	0,11	0,05
» 1 » 5 »	0,20	0,25	0,20	0,25	0,15

УДК 621.791.048:006.354

МКС 77.040

В09

ОКСТУ 0809

Ключевые слова: метод определения, флюсы сварочные плавные, метод анализа, оксид калия, оксид натрия, массовая частица, раствор, анализ, нормы точности

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *В С Черная*
Компьютерная верстка *Л А Круговой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 06 07 99 Подписано в печать 13 09 99 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,43
Тираж 230 экз С3526 Зак 684

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