ГОСТ 21639.0—93,
ГОСТ 21639.2-93—
—ГОСТ 21639.9-93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА
ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Российской Федерацией Техническим комитетом ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 17 февраля 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 14.06.95 № 296 межгосударственный стандарт ГОСТ 21639.0—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 21639.0—76

© ИПК Издательство стандартов, 1995

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 2

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Флюсы для электрошлакового переплава

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

Fluxes for electroslag remelting.
General requirements for methods of analysis.

Дата введения 1996—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа флюсов для электрошлакового переплава.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.234—77 ГСИ. Меры вместимости стеклянные. Методы и средства поверки

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

Издание официальное

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Пробы для анализа отбирают и готовят по нормативно-технической документации на методы отбора и подготовки проб соответствующих материалов.

3.2 Лабораторная мерная посуда и приборы — по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29252. Допускается применение мерной посуды, поверенной по ГОСТ 8.234. Необходимую точность измерения объема приводят в стандартах на методы анализа.

Тигли и чашки платиновые — по ГОСТ 6563.

Чашки стеклоуглеродистые СУ-2000.

Тигли и лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147.

3.3 Применяемые реактивы должны иметь степень чистоты не ниже ч. д. а., если не предусмотрены другие требования в стандартах на методы анализа.

Стандартные растворы готовят из реактивов квалификации не ниже х. ч. или из металлов с массовой долей основного элемента не ниже 99,9 % (если нет других указаний в стандартах на методы анализа). Необходимость установления массовой концентрации стандартных растворов указывается в стандартах на методы анализа. Допускается установка массовой концентрации стандартных растворов по стандартному образцу.

3.4 Для приготовления водных растворов и проведения анализа необходимо применять дистиллированную воду по ГОСТ 6709, если не предусмотрены другие требования в стандартах на методы анализа.

3.5 Концентрацию приготовляемых растворов выражают:

массовой концентрацией (г/дм^3, г/см^3);

молярной концентрацией (моль/дм^3);

молярной концентрацией эквивалента (моль/дм^3).

Массовая доля — масса вещества в граммах, отнесенная к 100 г раствора или к 100 г вещества (%).

Содержание определяемого элемента в флюсах выражают массовой долей (%).

3.6 Степень разбавления кислот и растворов обозначают в виде A:B, например, 1:4, где A — объемная часть разбавляемого реактива, B — объемная часть используемого растворителя. Если в стандарте на метод анализа не указана концентрация кислоты или водного раствора аммиака, то применяют концентрированную кислоту или концентрированный водный раствор аммиака.

3.7 Термины «теплая» или «горячая» вода (или раствор) означают, что жидкость имеет температуру 40—75 °С или более 75 °С соответственно. При необходимости температура указывается в стандартах на методы анализа.

3.8 Массовую концентрацию титрованных растворов устанавливают не менее чем по трем навескам (или аликвотам) исходного вещества и округляют с точностью до четырех значащих цифр.

3.9 Взвешивание навески пробы, осадков и веществ для приготовления стандартных растворов проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или на любых других весах, отвечающих указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам. Необходимую точность взвешивания приводят в стандартах на методы анализа.

3.10 При фотометрических методах толщину светопоглощающего слоя в кюветах необходимо выбирать таким образом, чтобы получить оптимальную абсорбцию света для раствора соответствующего окрашенного соединения с учетом типа применяемого прибора.

3.11 Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: по оси абсцисс откладывают числовое значение концентрации или массовой доли элемента, или массу определяемого элемента, а по оси ординат — значение аналитического сигнала.

Порядок построения градуировочного графика указывают в конкретном стандарте на метод анализа. Допускается использовать метод сравнения аналитического сигнала пробы с аналитическим сигналом стандартного раствора определяемого элемента или раствора стандартного образца.

3.12 При определении атомно-абсорбционным методом диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, поэтому предлагаемые массы элементов в пробах и для построения градуировочных графиков считать рекомендуемыми.

3.13 Массовую долю каждого элемента в пробе определяют параллельно (или независимо) в двух навесках. При разногласиях в оценке качества материала анализ проводят в трех навесках.

Не реже одного раза в смену (при использовании одних и тех же реактивов) в тех же условиях проводят два контрольных опыта для внесения в результаты анализа поправки, учитывающей массовую долю определяемого элемента в реактивах.

3.14 С целью контроля погрешности среднего результата анализа не реже одного раза в смену в тех же условиях проводят анализ стандартного образца в двух (трех) навесках. Для контроля выбирают стандартный образец с химическим составом, соответствующим требованиям стандарта на методы анализа данного элемента.

3.15 За результат анализа пробы или стандартного образца принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных (или независимых) определений с учетом среднего арифметического значения результатов контрольных опытов.

3.16 Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превысит предела Δ в процентах, приведенного в соответствующей стандарте на методы анализа массовой доли элемента, при выполнении следующих условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных (независимых) определений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_2(d_3)$ %, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа массовой доли элемента;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое при доверительной вероятности, 0,85 значение δ, %, приведенное в соответствующем стандарте на метод анализа массовой доли элемента.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторный анализ в соответствии с 3.13. Если и при повторном анализе требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, анализ прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, полученных в различных условиях, не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_к$ %, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа массовой доли элемента.

3.17 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение погрешности Δ.

3.18 Числовое значение погрешности Δ и нормативов контроля точности допускается выражать одной значащей цифрой.

3.19 При отсутствии стандартного образца контроль погрешности среднего результата анализа осуществляют методом добавок или другими методами.

Контроль погрешности среднего результата методом добавок осуществляют нахождением массовой доли определяемого элемента в анализируемом материале после добавления соответствующей навески чистого металла или аликвотной части стандартного раствора данного компонента к навеске анализируемого материала до проведения анализа. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения анализа, предусмотренные конкретным стандартом на методы

анализа. Проводят определение данного элемента в пробе после введения добавки. Величину добавки рассчитывают как разность между найденным значением массовой доли элемента в пробе с добавкой и без добавки.

Погрешность среднего результата анализа не превысит предела Δ, если найденная величина добавки отличается от расчетной не более чем на $\sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}$, где δ_1 и δ_2 берут из соответствующего стандарта на метод анализа для значений массовой доли контролируемого элемента в пробе и в пробе с добавкой.

УДК 66.046.52:543:006.354 ОКС 71.040.040 В09 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: флюсы, электрошлаковый переплав, общие требования, методы анализа

gost.e-ecolog.ru