МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Флюсы для электрошлакового переплава

# МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА

Fluxes for electroslag remelting.
Methods for determination of total iron

Дата введения 1996—01—01

## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле общего железа от 0,05 до 1,0 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле общего железа от 0,10 до 1,0 %) методы определения общего железа в флюсах для электрошлакового переплава.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

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

ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 21639.0—93 Флюсы для электрошлакового переплава. Общие требования к методам анализа

Издание официальное



gost.e-ecolog.ru

## 3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 21639.0.

## 4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1 **Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения железа (II) с ортофенантролином или 2,2-дипиридилом. Для восстановления железа применяют гидроксиламина гидрохлорид.

4.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Ортофенантролин, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм$^3$ готовят при слабом нагревании.

2,2-дипиридил, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм$^3$.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм$^3$.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм$^3$.

Бумага конго.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы

Раствор А: 0,5 г железа растворяют в 30 см$^3$ соляной кислоты. После полного растворения навески раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты. Затем раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ стандартного раствора А содержит 0,0005 г железа.

Раствор Б: 5 см$^3$ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ стандартного раствора Б содержит 0,00001 г железа.

4.3 **Проведение анализа**

4.3.1 Аликвотную часть основного раствора, приготовленного по ГОСТ 21639.2 в соответствии с таблицей 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают 5 см$^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до слабокислой реакции по бумаге конго. Затем приливают 10 см$^3$ раствора ортофенантролина или 2,2-дипиридила, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин изме-

ряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 516 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 520 до 530 нм.

Таблица 1 — **Объем аликвотной части раствора**

| Массовая доля общего железа, % | Объем аликвотной части раствора, см³ |
|---|---|
| От 0,05 до 0,1 включ. | 25 |
| Св. 0,1 » 0,5 » | 10 |
| » 0,5 » 1,0 » | 5 |

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности анализируемого раствора находят массу общего железа по градуировочному графику.

4.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в пять из шести конических колб вместимостью 100 см³ отбирают 1; 2; 3; 4; 5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г общего железа. В каждую колбу приливают 10—15 см³ воды, 5 см³ гидрохлорида гидроксиламина, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до слабокислой реакции по «бумаге конго». Затем приливают 10 см³ раствора ортофенантролина или 2,2-дипиридила, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в 4.3.1. Раствором сравнения служит раствор шестой колбы, не содержащий стандартного раствора железа.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам общего железа строят градуировочный график.

4.4 **Обработка результатов**

4.4.1 Массовую долю общего железа ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

где $m_1$ — масса общего железа, найденная по градуировочному графику, г;

$m$ — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли общего железа приведены в таблице 2.

Таблица 2 — **Нормативы контроля точности**

| Массовая доля общего железа, % | Допускаемые расхождения, % | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | погрешности результатов анализа, $\Delta$ | двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$ | двух параллельных определений $d_2$ | трех параллельных определений $d_3$ | результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения $\Delta$ |
| От 0,05 до 0,1 включ. | 0,018 | 0,023 | 0,019 | 0,023 | 0,012 |
| Св. 0,1 » 0,2 » | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,02 |
| » 0,2 » 0,5 » | 0,04 | 0,05 | 0,04 | 0,05 | 0,03 |
| » 0,5 » 1,0 » | 0,06 | 0,07 | 0,06 | 0,07 | 0,04 |

## 5 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами железа, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени ацетилен-воздух.

5.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа с источником излучения для железа.

Печь муфельная с температурой нагрева до 1000 °С.

Ацетилен растворенный по ГОСТ 5457.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха или баллон со сжатым воздухом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота хлорная, раствор с массовой концентрацией 1510 г/дм$^3$.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Стандартный раствор, приготовленный по 4.2.

5.3 **Проведение анализа**

5.3.1 Навеску пробы массой, в зависимости от массовой доли железа в флюсах, определяют по таблице 3.

Навеску флюса помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, смачивают водой, прибавляют 15 см$^3$ хлорной кислоты, 5 см$^3$ азотной, 10 см$^3$ фтористоводородной кислоты и нагревают

раствор до растворения навески. Затем раствор нагревают до полного удаления паров хлорной кислоты, охлаждают, приливают 15 см³ соляной кислоты, 30 см³ воды и нагревают до растворения солей. Раствор фильтруют через плотный фильтр, промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (2:100), 3—5 раза горячей водой. Фильтр помещают в платиновый тигель, подсушивают, прокаливают и доплавляют с 1,5—2,0 г пиросернокислого калия. Охлажденный тигель помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ горячей воды, 10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения плава. Раствор объединяют с основным раствором, выпаривают до влажных солей, приливают 4 см³ соляной кислоты, 15—20 см³ воды и нагревают до растворения солей, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 3 — **Масса навески пробы**

| Массовая доля общего железа, % | Масса навески, г | Вместимость мерной колбы, см³ |
|---|---|---|
| От 0,10 до 0,25 включ. | 0,5 | 100 |
| Св. 0,25 » 0,50 » | 0,25 | 100 |
| » 0,50 » 1,00 » | 0,1 | 100 |

Через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Распыляют раствор контрольного опыта и раствор анализируемой пробы в порядке увеличения абсорбции до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значений атомной абсорбции раствора анализируемой пробы находят массу железа в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику.

5.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в шесть платиновых или стеклоуглеродистых чашек помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001; 0,00125; 0,0015 г железа и далее проводят анализ по 5.3.1.

5.4 **Обработка результатов**

5.4.1 Массовую долю общего железа ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где $m_1$ — масса железа в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m$ — масса навески пробы, г.

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли общего железа приведены в табл. 2.

УДК 66.046.52:546.722—31:006.354 ОКС 71.040.040 В09
ОКСТУ 0709

Ключевые слова: флюсы, электрошлаковый переплав, метод определения общего железа, фотометрический метод, атомно-абсорбционный метод, реактивы, растворы, массовая доля

gost.e-ecolog.ru