ГОСТ 21639.8—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

6gost.e-ecolog.ru

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 № 303 межгосударственный стандарт ГОСТ 21639 8—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 21639 8—93

© 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
4 Фотометрический метод 2
5 Метод дифференциальной фотометрии 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Флюсы для электрошлакового переплава

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

Fluxes for electroslag remelting
Methods for determination of silicon dioxide

Дата введения 1996—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле двуокиси кремния от 0,5 до 10 %) и дифференциальной фотометрии (при масовой доле двуокиси кремния от 10 до 25 %) методы определения двуокиси кремния в флюсах для электрошлакового переплава.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная Технические условия

ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Аммоний фосфорнокислыи двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 4332—76 Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 21639 0—93 Флюсы для электрошлакового переплава Общие требования к методам анализа

ГОСТ 21639 6—93 Флюсы для электрошлакового переплава. Метод определения фосфора

Издание официальное

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 21639.0.

4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1 **Сущность метода**

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее смесью аскорбиновой и лимонной кислот до молибденовой сини.

4.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с температурой нагрева до 1100 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Смесь для сплавления: две части углекислого калия — углекислого натрия смешивают с одной частью борной кислоты.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 (перекристаллизованный по ГОСТ 21639.6), раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Восстановительная смесь, свежеприготовленная: 1 г аскорбиновой и 5 г лимонной кислоты растворяют в 100 см^3 воды.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 и раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы

Раствор А: 0,2 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2,5 г углекислого натрия при температуре 900—950 °С в течение 5—10 мин и выщелачивают плав раствором углекислого натрия с массовой концентрацией 1 г/дм^3. Затем переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки раствором углекислого натрия и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Массовую концентрацию двуокиси кремния в растворе устанавливают гравиметрическим методом: солянокислотным, хлорнокислотным или сернокислотным с двойным выпариванием.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором углекислого натрия с массовой концентрацией 1 г/дм^3 и перемешивают.

Готовят перед применением.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³.

4.3 **Проведение анализа**

4.3.1 Навеску флюса массой, указанной в таблице 1, помещают в платиновый тигель, смешивают с 2,5 г смеси для сплавления, накрывают тигель платиновой крышкой и сплавляют в муфельной печи при температуре 900—950 °С в течение 5—10 мин.

Таблица 1 — **Масса навески флюса**

Массовая доля двуокиси кремния, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, см³	Объем раствора соляной кислоты, см³
От 0,5 до 4 включ	0,2	250	80
Св 4 » 10 »	0,1	500	160

Охлажденный тигель помещают в полиэтиленовый стакан, приливают горячий раствор соляной кислоты в соответствии с табл. 10 см³ раствора трилона Б, нагретого до кипения, и нагревают на водяной бане до растворения плава. Тигель удаляют из стакана и обмывают водой. Содержимое стакана охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в таблице 1, доливают до метки водой и перемешивают

Аликвотную часть раствора 5 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ воды, 5 см³ молибденовокислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 см³ восстановительной смеси, перемешивают.

Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы находят массу двуокиси кремния по градуировочному графику.

4.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010; 0,00012; 0,00014; 0,00016 и 0,00018 г двуокиси кремния. Во все колбы приливают по 1,6 см³

раствора соляной кислоты, по 50 см³ воды, по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают. Через 10 мин приливают по 5 см³ восстановительной смеси, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в 4.3 1.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график

4.4 **Обработка результатов**

4.4.1 Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса двуокиси кремния, 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 двуокиси кремния приведены в таблице 2

Таблица 2 — **Нормативы контроля точности**

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемые расхождения, %				
	погрешности результатов анализа Δ	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 δ
От 0,5 до 1 включ	0,07	0,08	0,07	0,08	0,04
Св 1 » 2 »	0,09	0,12	0,10	0,12	0,06
» 2 » 5 »	0,15	0,19	0,15	0,19	0,10
» 5 » 10 »	0,21	0,26	0,22	0,27	0,14
Св 10 » 25 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2

5 МЕТОД ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ ФОТОМЕТРИИ

5.1 **Сущность метода**

Сущность метода — по 4.1.

5.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Аппаратура, реактивы и растворы — по 4.2.

5.3 **Проведение анализа**

5.3.1. Проведение анализа — по 4.3.1 с дополнением: в качестве раствора сравнения применяют стандартный раствор Б.

5.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика при массовой доле двуокиси кремния от 10 до 18 % в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00010; 0,00012; 0,00014; 0,00016 и 0,00018 г двуокиси кремния. Шестая колба, в которую отбирают 3,0 см³ стандартного раствора Б, служит раствором сравнения.

При массовой доле двуокиси кремния от 18 до 25 % в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 9,0; 10,0; 11,0; 12,0 и 13,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00018; 0,00020; 0,00022; 0,00024 и 0,00026 г двуокиси кремния. Шестая колба, в которую отбирают 6,0 см³ стандартного раствора Б, служит раствором сравнения.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора, как в 4.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график.

5.4 **Обработка результатов**

5.4.1 Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — сумма массы двуокиси кремния, найденная по градуировочному графику и введенная в раствор сравнения, г;

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

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице 2.

УДК 66.046.52:546.284—31:006.354 ОКС 71.040.040 В09
ОКСТУ 0709

Ключевые слова: флюсы, электрошлаковый переплав, методы определения двуокиси кремния, фотометрический метод, дифференциальная фотометрия, реактивы, раствор, массовая доля

gost.e-ecolog.ru