МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.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 № 299 межгосударственный стандарт ГОСТ 21639.4—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 21639.4—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
4 Фотометрический метод 2
5 Атомно-абсорбционный метод 4

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

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, $см^3$
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 $см^3$ отбирают 1; 2; 3; 4; 5 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г общего железа. В каждую колбу приливают 10—15 $см^3$ воды, 5 $см^3$ 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 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, 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 0,05 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