

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 21639.0-76—ГОСТ 21639.11-76

Издание официальное

Цена 25 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 66.046.52:543.42(083.74) Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

Метод спектрального определения свинца, цинка, титана, сурьмы

ГОСТ 21639.11—76*

Fluxes for electroslag remelting. Spectral method for determination of lead, zinc, titanium, antimony

ОКСТУ 0709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 марта 1976 г. № 662 срок введения установлен

с 01.07.77

Проверен в 1986 г. Постановлением Госстандарта от 10.11.86 № 3399 срок действия продлен

до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения металлов в флюсах при массовой доле: цинка от 0,020 до 0,15%; титана от 0,030 до 5,00%; свинца от 0,0025 до 0,30%; сурьмы от 0,0025 до 0,040%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 21639.0—76.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.

Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Спектропроектор.

Установка для заточки угольных электродов.

Вибрационный измельчитель; пневмоступка; агатовая или яшмовая ступка.

Угли спектральные (электроды), диаметром 6 мм.

Фотопластинки спектральные тип 1, чувствительностью 2,8 единиц по ГОСТ 2817—50 или другого типа, обеспечивающие получение необходимой чувствительности определения.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным Пост. № 3397 10.11.86 (ИУС 2—87)*

Проявитель № 1 и быстрый фиксаж по ГОСТ 2817—50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота винная по ГОСТ 7167—77.

Алюминия окись, ос. ч.

Свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236—77, стандартный раствор: 2,4 г высушенного при температуре (100±20)°С до постоянной массы азотнокислого свинца помещают в стакан вместимостью 600 см³, растворяют в 400 см³ воды и приливают азотную кислоту до исчезновения мути. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация свинца в растворе равна 0,003 г/см³.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823—78, стандартный раствор: 2,5185 г уксуснокислого цинка помещают в стакан вместимостью 600 см³, растворяют в 400 см³ воды и приливают азотную кислоту до исчезновения мути. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация цинка в растворе равна 0,0015 г/см³.

Сурьма по ГОСТ 1089—82, стандартный раствор: 2 г сурьмы помещают в стакан вместимостью 300 см³, растворяют в 30 см³ смеси азотной и соляной кислот в соотношении 1 : 3 и выпаривают до удаления окислов азота. Содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, содержащую смесь из 400 см³ воды и 5 г винной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация сурьмы в растворе равна 0,004 г/см³.

Титана двуокись, ос. ч.

Допускается применение другой аппаратуры и материалов при обеспечении точности результатов анализа, предусмотренной настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Основой для приготовления образцов для градуировки служит смесь, состоящая из 70% фтористого кальция и 30% окиси алюминия, предварительно измельченных, или проба флюса (загрязненность основы флюса определяют по методу добавок).

3.2. Образцы для градуировки готовят следующим образом: для образца № 1 навеску массой 183,33 г флюса или смеси смешивают с 16,67 г двуокиси титана. 200 г полученной смеси помещают в фарфоровую чашку, смачивают 100 см³ воды. Из бюретки вводят рассчитанное количество стандартных растворов. Смесь осторожно высушивают на водяной бане, не допуская разбрызги-

вания, а затем в сушильном шкафу при температуре 120—130°С в течение 1 ч. Высушенную смесь растирают в агатовой ступке в течение 1 ч.

Таблица 1

Номер образца для градуировки	Масса основы, г	Массовая доля элемента, %				Объем стандартного раствора, см³			Количество двуокиси титана, г
		Свинец	Сурьма	Цинк	Титан	$Pb(NO_3)_2$	Sb	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$	
1	183,300	0,30	0,04	0,15	5,00	200	20	200	16,67
2	191,665	0,15	0,02	0,07	2,50	100	10	93,32	8,335
3	195,833	0,075	0,01	0,035	1,25	50	5	46,6	4,167
4	198,333	0,04	0,0052	0,02	0,50	26,66	2,6	26,66	1,667
5	199,167	0,02	0,0024	0,01	0,25	13,32	1,2	13,34	0,833
6	199,700	0,01	0,0012	0,005	0,12	6,66	0,6	6,66	0,300
7	199,800	0,005	0,0008	0,025	0,06	3,32	0,4	3,32	0,200
8	199,900	0,0024	0,0004	0,0012	0,03	1,62	0,2	1,60	0,100

Количество двуокиси титана и объем стандартных растворов, вводимых в основу образца для градуировки, указаны в табл. 1.

Приготовленные образцы для градуировки помещают в стеклянные закрытые банки. Однородность образцов для градуировки проверяют согласно приложению.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подставной угольный электрод диаметром 6 мм затачивают на усеченный конус под углом 30° к оси электрода с площадкой 2 мм.

Постоянный угольный электрод диаметром 6 мм затачивают на плоскость и делают отверстие диаметром 3 мм и глубиной 4 мм. В это отверстие плотно набивают анализируемую пробу.

Подставной и постоянный электроды укрепляют в электрододержателе штатива с аналитическим промежутком 2 мм, устанавливают промежуток по оптической оси прибора.

4.2. Ширина щели спектрографа 0,015—0,018 мм.

Освещение щели спектрографа — трехлинзовое, промежуточная диафрагма — круглая.

4.3. Спектры возбуждают генератором дуги переменного тока при силе тока 4,5—5 А и сетевом напряжении (220±10) В.

4.4. Образцы для градуировки фотографируют три раза, а пробу — два раза с выдержкой 40с без предварительного обжига.

4.5. Фотопластинки проявляют и фиксируют при температуре 20°С, промывают и высушивают. На обработанной фотопластинке с помощью спектропроектора находят необходимую область спектра и замеряют микрофотометром плотности почернений линий определяемых элементов и фона ($S_л$—$S_ф$).

4.6. Аналитические линии (длины волн) определяемых элементов:

Pb 283,37 нм — фон слева;

Zn 328,23 нм — фон слева;

Sb 231,10 нм — фон слева;

Ti 308,80 нм — фон справа.

Измерение плотности фона производят на расстоянии 5 мкм от линии определяемого элемента по барабану микровинта микрофотометра.

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Для каждого элемента в спектрограммах проб и образцов для градуировки измеряют плотность почернений аналитических линий и фона и находят среднее арифметическое значение разности плотности почернений $\Delta S_{ср}$.

5.2. По средним значениям $\Delta S_{ср}$ образцов для градуировки и логарифмам значений массовых долей элемента $\lg C$ в них строят градуировочный график по методу «трех эталонов» в координатах ($\Delta S_{ср}$—$\lg C$). По средним значениям $\Delta S_{ср}$ для анализируемой пробы по градуировочному графику определяют массовую долю элементов.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Контроль точности измерений проводят по синтетическим смесям (не менее 50), имитирующим состав анализируемых проб по всему диапазону измерений методом «введено — найдено» по критерию Стьюдента.

Вычисляем $\Delta_i = \overline{X}_а - \overline{X}_{доб}$, затем

$$\overline{\Delta} = \frac{\Sigma \Delta_i}{K},$$

$$S_\Delta = \sqrt{\frac{1}{K-1}\left[\sum_{i=1}^{k} \Delta^2_i - \frac{\left(\sum_{i=1}^{k} \Delta_i\right)^2}{K}\right]}, \quad t = \frac{|\overline{\Delta}|\sqrt{K}}{S_\Delta},$$

где $\bar{X}_a$ — массовая доля элемента в пробе, полученная спектрографическим методом;

$\bar{X}_{доб}$ — массовая доля добавки в пробе;

Δ_i — разность между результатами спектрографического метода и массовой долей добавки;

$\bar{\Delta}$ — средняя разность между результатами спектрографического метода и массовой долей добавки для всех проб;

S_Δ — стандартное отклонение;

t — коэффициент Стьюдента.

Результаты считаются согласованными, если $t \leqslant 2$ для 50 измерений при доверительной вероятности 0,95.

6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных измерений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сурьма	От 0,0025 до 0,0050	0,0008
	Св. 0,0050 » 0,0100	0,001
	» 0,010 » 0,020	0,005
	» 0,020 » 0,040	0,008
Свинец	От 0,0025 до 0,0050	0,0010
	Св. 0,0050 » 0,0100	0,0017
	» 0,010 » 0,025	0,003
	» 0,025 » 0,050	0,014
	» 0,05 » 0,10	0,03
	» 0,10 » 0,30	0,05
Цинк	От 0,020 до 0,050	0,005
	Св. 0,050 » 0,100	0,014
	» 0,10 » 0,15	0,03
Титан	От 0,030 до 0,100	0,02
	Св. 0,100 » 0,200	0,04
	» 0,20 » 0,50	0,06
	» 0,50 » 1,00	0,08
	» 1,00 » 2,00	0,12
	» 2,00 » 5,00	0,30

Допускается оценку расхождений проводить в единицах показаний прибора.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

РАСЧЕТ ОДНОРОДНОСТИ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ГРАДУИРОВКИ

Значение массовой доли элемента устанавливается после поверки однородности образца для градуировки. От образца для градуировки отбирают 20 проб. Для каждой пробы проводят одно измерение элементов. Измерения выполняют сериями по пять проб в каждой серии (количество серий — четыре) в одинаковых условиях. Измерения выполняет один исследователь в одну смену по пять проб на одном и том же приборе.

Размах результатов пяти измерений (R_k) и средний размах результатов ($\overline{R}$) вычисляют по формулам:

$$R_k=(X_{max}-X_{min})\cdot K;$$

$$\overline{R}=\frac{1}{K}\sum_{1}^{k}R_k,$$

где X_{max} — максимальное значение результатов измерений;
X_{min} — минимальное значение результатов измерений;
K — количество серий измерений (не менее четырех);
R_k — размах результатов пяти измерений в n-той серии;
$\overline{R}$ — средний размах результатов пяти измерений в сериях.

Дисперсный материал считается однородным, если

$$R_k\leqslant 1{,}2 \text{ и } \overline{R}\leqslant 0{,}7\ d,$$

где d — абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных измерений, регламентируемые данным стандартом.

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 09.03.88 Подп. в печ. 11.05.88 5,0 усл. п. л. 5,13 усл. кр.-отт. 4,84 уч.-изд. л.
Тир. 2 000 Цена 25 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1982

gost.e-ecolog.ru