

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 пироксернокислый. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

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

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-дипиридиллом. Для восстановления железа применяют гидроксилamina 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/дм³ готовят при слабом нагревании.

2,2-дипиридил, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³.

Бумага конго.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы

Раствор А: 0,5 г железа растворяют в 30 см³ 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 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0005 г железа.

Раствор Б: 5 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³, приливают 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксилamina, 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 изме-

ряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 516 нм или фотозлектроколориметре 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 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 гидроксилamina, 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

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

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_1	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/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий пироксернистый 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 см³ хлорной кислоты, 5 см³ азотной, 10 см³ 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, см ³
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 стеклоглеродистых 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

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

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
