

ГОСТ 21639.8—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

**ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА  
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ  
КРЕМНИЯ**

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,  
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

## 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       | Аргосстандарт                                       |
| 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 |

Флюсы для электрошлакового переплава

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКСИ 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 массовой 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 фосфорнокислый 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

### 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

Восстановительная смесь, свежеприготовленная: 1 г аскорбиновой и 5 г лимонной кислоты растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды.

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

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<sup>3</sup>. Затем переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором углекислого натрия с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

#### 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, см <sup>3</sup> | Объем раствора соляной кислоты, см <sup>3</sup> |
|-----------------------------------|------------------|-------------------------------------|---|
| 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> молибденово-кислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>

раствора соляной кислоты, по 50 см<sup>3</sup> воды, по 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и перемешивают. Через 10 мин приливают по 5 см<sup>3</sup> 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

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

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, $\Delta$ | двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_k$ | двух параллельных определений $d_2$ | трех параллельных определений $d_3$ | результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения $\delta$ |
| 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 см<sup>3</sup> отбирают 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, служит раствором сравнения.

При массовой доле двуокиси кремния от 18 до 25 % в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 9,0; 10,0; 11,0; 12,0 и 13,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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

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

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

---