



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**ФЛЮСЫ  
ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ

ГОСТ 21639.1—90

Издание официальное

20 коп. БЗ 12—90/1032



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ  
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ  
Москва

**ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО  
ПЕРЕПЛАВА**

Методы определения содержания влаги

Fluxes for electroslag remelting.  
Methods for determination of moisture content**ГОСТ  
21639.1—90**

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.92  
до 01.07.97

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрические методы определения гигроскопической влаги при массовой доле от 0,5 до 5,0% и общей влаги при массовой доле от 0,01 до 5,0% в флюсах для электрошлакового переплава.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 21639.0.

**2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ ВЛАГИ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на высушивании навески флюса при температуре 105—110°C до постоянной массы.

**2.2. Аппаратура**

Весы аналитические с разновесами.

Шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Эквикатор по ГОСТ 25336, наполненный хлористым кальцием по НТД.

**2.3. Проведение анализа**

Навеску флюса массой 20—50 г помещают в бюксу, предварительно высушенную при 105—110°C до постоянной массы и взвешенную с крышкой.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Затем бюксу с навеской и снятой крышкой высушивают в сушильном шкафу при 105—110°C в течение 2 ч, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 30—40 мин и взвешивают.

Перед взвешиванием крышку бюксы приоткрывают для уравновешивания давления и быстро закрывают. Высушивание повторяют в течение 30 мин до постоянной массы. Если при повторном взвешивании происходит увеличение массы, то за окончательный результат принимают массу, предшествующую ее увеличению.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю гигроскопической влаги ( $W^r$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$W^r = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

где  $m_1$  — масса бюксы с навеской до высушивания, г;

$m_2$  — масса бюксы с навеской после высушивания, г;

$m$  — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля гигроскопической влаги, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 1,00 включ.	0,05
Св. 1,00 > 2,00 >	0,10
> 2,00 > 4,00 >	0,20
> 4,00 > 5,00 >	0,30

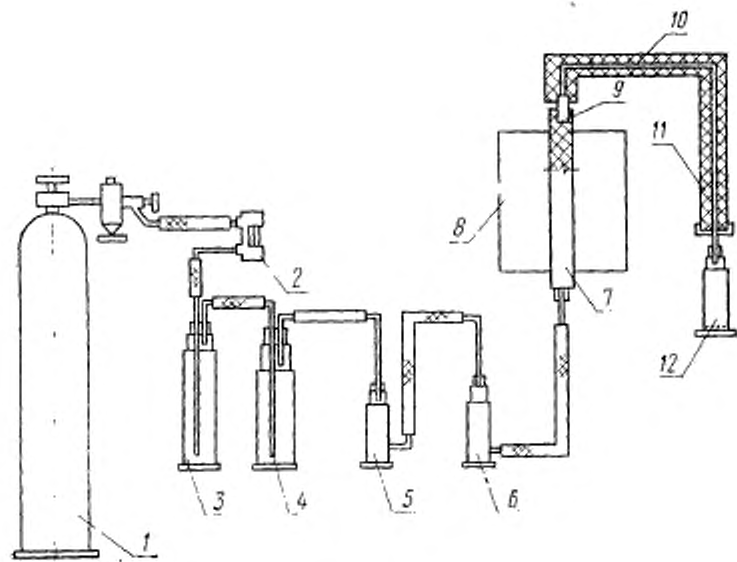
### 3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ВЛАГИ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на нагревании анализируемого материала в трубчатой печи при температуре 1000°C в токе кислорода, превращении всего содержащегося в нем водорода во влагу и ее гравиметрическом определении после поглощения перхлоратом магния (ангидроном). Для снижения погрешности анализа выделяющиеся газообразные соединения фтора поглощаются монооксидом свинца на выходе из трубки.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения влаги (черт. 1) состоит из баллона с кислородом (1) по ГОСТ 5583, снабженного редукционным вентилем пуска и регулировки тока кислорода; редуктора манометра (2) — тонкой регулировки кислорода; предохранительной колбы



Черт. №

(3), которая в случае избыточного давления в камере сгорания предотвращает попадание серной кислоты в резиновые трубки, соединяющие аппарат с редукционным клапаном; системы очистки и осушки кислорода; промывочной колбы (4) с серной кислотой; сушильных колонок (5) и (6), заполненных гранулированной гидроокисью натрия и перхлоратом магния; фарфоровой трубки (7) длиной 500 мм и внутренним диаметром 20—25 мм; трубчатой печи (8) марки СУОЛ—0.25.1/12-М1; асбестовой пробки (9), пропитанной монооксидом свинца, нагретой до температуры 800°C; медной трубки (10), нагретой до температуры 110—120°C; Г-образного трубопровода (11); абсорбционной колбы (12) с перхлоратом магния (ангидридом) Г-образный трубопровод изготовлен из аустенитной нержавеющей стали и состоит из двух симметричных разъемных частей, общая длина трубопровода 750 мм. Спиральный нагреватель располагают вокруг и вдоль изогнутой по профилю трубопровода медной трубки, одновременно изолируя витки нагревателя асбестовым шнуром ШАОН-3, пропитанным жидким стеклом. Трубку с нагревателем оплетают лентой из фто-

ропласта и укладывают в нижнюю часть корпуса трубопровода, предварительно выложенную каолиновой ватой, сверху трубку с нагревателем также прикрывают каолиновой ватой и закрывают верхнюю часть корпуса трубопровода. Обе части корпуса скрепляют винтами через отверстия в ушках, приваренных к нижней и верхней частям трубопровода.

Допускаются нагреватели и абсорбционные колбы других конструкций, обеспечивающие требуемую точность анализа.

Крючок, с помощью которого лодочки помещают в трубку и извлекают из нее, изготовлен из жаропрочной проволоки диаметром 3—5 мм и длиной 400—600 мм.

Для установки пробки в фарфоровую трубку используют специальный толкатель с фиксатором.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Для определения массовой доли влаги от 0,01 до 0,03% следует использовать лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104 не ниже 1-го класса точности.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

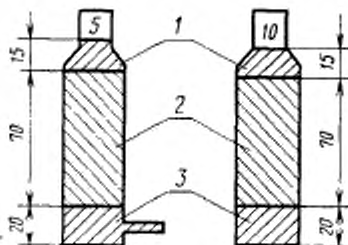
Магния перхлорат по ТУ 6-09-3880.

Вата каолиновая или асбест волокнистый по ТУ 6-09-4010.

Свинца монооксид (II) по ТУ 6-09-5382.

### 3.3. Подготовка к анализу

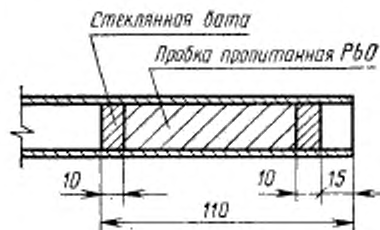
Заливают в промывочную колбу (4) 125 см<sup>3</sup> серной кислоты. Сушильные колонки (5) и (6), а также абсорбционную колбу (12) готовят к работе в соответствии с черт. 2. Масса абсорбционной



1—стеклянная вата; 2—абсорбент; 3—стеклянная вата

колбы в подготовленном виде ( $70 \pm 2$ ) г. Перхлорат магния не должен насыпаться плотно. Абсорбционная колба диаметром 30 мм имеет в нижней части 5—6 отверстий диаметром ( $1 \pm 0,2$ ) мм. Высота абсорбционной колбы 105 мм.

В прокаленную по всей длине фарфоровую трубку помещают пробку, пропитанную монооксидом свинца. Пробку (5) из длинно-волокнистого асбеста или каолиновой ваты, предварительно прокаленных при  $400^\circ\text{C}$  в течение 30 мин, готовят следующим образом: на стальную щетку насыпают равномерный слой волокнистого асбеста или каолиновой ваты и равномерно покрывают асбест монооксидом свинца. Трением двух стальных щеток обеспечивают равномерное распределение монооксида свинца по асбесту. Избыток монооксида свинца стряхивают на сите. На пропитку 100 г асбеста требуется около 100 г монооксида свинца. 4,5—5,0 г пропитанного асбеста (каолиновой ваты) достаточно для образования пробки. С двух сторон от пробки помещают стеклянную вату по 10 мм с каждой стороны (черт. 3).



Черт. 3

Постоянство расхода кислорода определяют ротаметром (2), который устанавливают перед предохранительной колбой. Подача кислорода через систему происходит со скоростью 175—225  $\text{см}^3/\text{мин}$ .

Перед началом работы нагревают печь до температуры  $1000^\circ\text{C}$  и проверяют установку на герметичность. Для этого подсоединяют вместо абсорбционной колбы (12) стеклянную трубку, конец которой опускают в чашку с водой и прерывают подачу кислорода, зажав шланг перед предохранительной колбой. Если вода в стеклянной трубке не поднимается, то система герметична.

Концы спирального нагревателя, расположенного вокруг и вдоль изогнутой по профилю трубопровода (11) медной трубки (10), подсоединяют к латру РНО-250—2 и задают напряжение так, чтобы температура на выходе из медной трубки была  $110—120^\circ\text{C}$ .

Фарфоровые лодочки № 2 — по ГОСТ 9147 или кварцевые лодочки (длина 100—120 мм, ширина — 15—20 мм, высота — 10 мм) прокаливают в токе кислорода при температуре 1000°C непосредственно перед работой.

Перед началом работы устанавливают среднее значение холостого опыта. После того как температура печи достигает 1000°C пропускают кислород с расходом 175—225 см<sup>3</sup>/мин, взвешивая абсорбционную колбу (12) через каждые 5—7 мин. Установка готова к использованию при разнице в массе между каждым взвешиванием не более 0,2—0,4 мг. Значение холостого опыта более 0,4 мг свидетельствует о необходимости профилактики установки.

Для этого необходимо заменить реактивы, используемые для осушки кислорода (серную кислоту, гидроксид натрия и перхлорат магния) и прочистить от загрязнения все узлы установки.

Пробка (9) обеспечивает задержку фторидов для общего количества анализов. Контроль за работоспособностью пробки осуществляется по изменению цвета перхлората магния в абсорбционной колбе (12), вызванного проникновением фторидов.

#### 3.4. Проведение анализа

Навеску пробы массой, установленной в зависимости от массовой доли влаги по табл. 2, помещают в фарфоровую или кварцевую лодочку.

Таблица 2

Массовая доля влаги, %	Масса навески флюса, г
От 0,01 до 0,03 включ	7—10
Св. 0,03 > 0,07 >	4—7
> 0,07 > 0,20 >	2—4
> 0,20 > 1,00 >	0,5—2,0
> 1,00 > 5,00 >	1,0—0,1

Лодочку с помощью крючка вводят в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки (7) и плотно закрывают трубку резиновой пробкой, через которую пропущена трубка для подачи кислорода. Влага, выделенная из пробы, дистиллируется в абсорбционную колбу (12), в то время как побочные летучие продукты и фтористые соединения поглощаются монооксидом свинца на выходе из трубки. Пробу оставляют в печи до тех пор, пока в верхней части стеклянной трубки абсорбционной колбы (12) не останется следов конденсата (не более 5—7 мин). Затем герметизируют абсорбционную колбу (12), закрывая верхнее отверстие пробкой, а нижние отверстия для выхода кислорода плотно прилегающим резиновым кольцом и взвешивают. Удаляют проанализированную пробу из печи, подсоединяют абсорбционную колбу (12) к установке и начинают анализ следующей пробы.

## 3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю влаги ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m_d} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса абсорбционной колбы после анализа, г;

$m_0$  — масса той же колбы до проведения анализа, г;

$m_d$  — масса навески анализируемого флюса, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля влаги, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,004
Св. 0,02 > 0,05 >	0,008
> 0,05 > 0,10 >	0,010
> 0,10 > 0,30 >	0,030
> 0,30 > 1,00 >	0,060
> 1,00 > 2,00 >	0,100
> 2,00 > 5,00 >	0,200



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством тяжелого машиностроения СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

П. Л. Бабушкин; В. Ю. Персиц, канд. хим. наук; Ю. А. Марголин; П. М. Геращенко; В. А. Джигурда (руководитель темы); О. Б. Зеленова; О. А. Распопина; Н. Д. Вишняк

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3472

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 21639.1—76

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 5583—78	3.2
ГОСТ 9147—80	3.3
ГОСТ 21639.0—76	Разд. 1
ГОСТ 24104—88	3.2
ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2
TU 6—09—0680—75	3.2
TU 6—09—4010—75	3.2
TU 6—09—5382—88	3.2

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*  
Корректор *И. А. Асауленко*

Сдано в наб. 13.02.91 Подп. и печ. 09.04.91 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,48 уч.-изд. л.  
Тир. 4000 Цена 20 к.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Ляляк пер., 6, Зак. 177