



24.9.91-81
цел. 1 +

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**ФЕРРОХРОМ, ФЕРРОСИЛИКОХРОМ,
ФЕРРОСИЛИЦИЙ,
ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ,
ФЕРРОМАРГАНЕЦ**

МЕТОДЫ ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 24991—81

(СТ СЭВ 1967—79)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва



300-55
5

**ФЕРРОХРОМ, ФЕРРОСИЛИКОХРОМ,
ФЕРРОСИЛИЦИЙ, ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ,
ФЕРРОМАРГАНЕЦ**

ГОСТ
24991—81*
(СТ СЭВ 1967—79)

Методы отбора и подготовки проб для
химического и физико-химического анализов

Feifochromium, ferrosilichromium, ferrosilicon,
ferrosilicomanganese, ferromanganese.
Methods of sampling and sample preparation
for chemical and physical-chemical analyses

Взамен
ГОСТ 20016—74,
ГОСТ 20517—75,
ГОСТ 20518—75,
ГОСТ 22166—76,
ГОСТ 22167—76

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 ноября
1981 г. № 4835 срок введения установлен
с 01.01.82

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.85 № 4648
срок действия продлен

до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы отбора и подготовки проб для химического и физико-химического анализов феррохрома**, ферросиликохрома, ферросилиция, ферросиликомарганца и феррохрома азотированного брикетированного и ферромарганца. Общие требования к отбору и подготовке проб по ГОСТ 17260—80.

Настоящий стандарт соответствует СТ СЭВ 1967—79.

1. ПАРАМЕТРЫ ОПРОБОВАНИЯ

1.1. В зависимости от размера частиц (кусков) в ферросплаве масса точечной пробы должна соответствовать указанной в табл. 1.

Таблица 1

Наибольший размер максимальной частицы (куска), мм	Минимальная масса точечной пробы, кг					
	Феррохром легкодробимый	Ферросиликохром	Ферросилиций	Ферросиликомарганец	Ферромарганец	Феррохром азотированный
От 100 и более	8,0	5,0	8,0	8,0	8,0	—
100	8,0	5,0	8,0	8,0	8,0	10,0
50	4,0	3,0	3,0	4,0	4,0	—
20	1,5	1,0	1,0	1,5	1,5	—
10 и менее	1,0	0,5	0,5	1,0	1,0	—

(Измененная редакция, Изм. № 1).

** Феррохром, предназначенный для пробоотбора, подразделяется на легкодробимый и труднодробимый. К легкодробимому относится высокоуглеродистый, часть среднеуглеродистого и азотированный брикетированный феррохром; к труднодробимому — низкоуглеродистый и часть среднеуглеродистого.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (май 1987 г.) с Изменением № 1,
утвержденным в декабре 1985 г. (ИУС 4—86)

© Издательство стандартов, 1987

1.2. Количество точечных проб в зависимости от массы отбираемого ферросплава должно соответствовать указанному в табл. 2 и 2а.

Таблица 2

Масса отбираемого ферросплава, т	Минимальное количество точечных проб	Погрешность отбора проб ($\pm R_{от}$), %							
		Феррохром легкоплавкий		Феррохром		Ферросилиций			
		Феррохром легкоплавкий	Феррохром	Ферросилиций	Ферросилиций	Ферросилиций	Ферросилиций		
Св. 1000 до 2500	28	0,30	0,30	0,34	0,34	0,25	0,28	0,28	0,38
> 500 > 1000	25	0,32	0,32	0,36	0,36	0,26	0,30	0,30	0,40
> 250 > 500	23	0,33	0,33	0,38	0,38	0,27	0,31	0,31	0,42
> 100 > 250	20	0,36	0,36	0,40	0,40	0,29	0,33	0,33	0,45
> 50 > 100	18	0,38	0,38	0,42	0,42	0,31	0,35	0,35	0,47
> 25 > 50	15	0,41	0,41	0,46	0,46	0,34	0,39	0,39	0,52
> 10 > 25	10	0,51	0,51	0,57	0,57	0,41	0,47	0,47	0,63
> 5 > 10	8	0,57	0,57	0,64	0,64	0,46	0,53	0,53	0,71
> 5	6	0,65	0,65	0,73	0,73	0,53	0,61	0,61	0,82

Таблица 2а

Масса опробуемого феррохрома азотированного, т	Минимальное количество точечных проб	Погрешность отбора проб ($\pm\beta_{от}$), %	
		Феррохром азотированный	
		Хром	Азот
Св. 5 до 8	20	0,28	0,17
> 3 > 5	16	0,31	0,19
> 1 > 3	12	0,36	0,22
> 0,5 > 1	8	0,44	0,27
> 0,5	4	0,60	0,40

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Для труднодробимого феррохрома количество отбираемых кусков должно соответствовать указанному в табл. 3.

Таблица 3

Масса опробуемого феррохрома, т	Минимальное количество кусков	Погрешность отбора проб, ($\pm\beta_{от}$), % хрома
Св. 1000 до 2500	33	0,28
> 500 > 1000	29	0,30
> 250 > 500	27	0,31
> 100 > 250	24	0,33
> 50 > 100	19	0,37
> 25 > 50	16	0,40
> 10 > 25	12	0,46
> 5 > 10	9	0,53
> 5	7	0,60

1.4. Для труднодробимого феррохрома масса точечной пробы, взятая от отобранного для контроля куска в виде стружки толщиной 0,1—0,2 мм, должна быть не менее 20 г.

1.5. При опробовании упакованного ферросплава количество отбираемых упаковочных единиц должно соответствовать количеству точечных проб, указанному в табл. 2, а для труднодробимого феррохрома — количеству кусков, указанному в табл. 3. От каждой отобранной упаковочной единицы отбирают одну точечную пробу, а для труднодробимого феррохрома — один кусок.

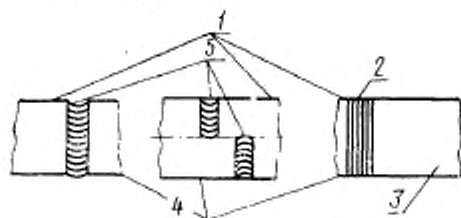
2. ОТБОР ТОЧЕЧНЫХ ПРОБ

2.1. Отбор точечных проб — по ГОСТ 17260—80.

2.2. Для труднодробимого феррохрома отбор кусков соответствует отбору точечных проб.

Точечные пробы от кусков труднодробимого феррохрома должны быть отобраны одним из следующих методов.

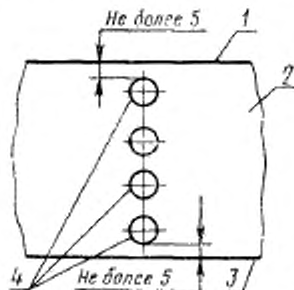
Метод 1. Если верхнюю и нижнюю поверхности куска определить легко, то точечную пробу в виде стружки берут путем фрезерования, строгания или сверления по всей высоте куска от верхней поверхности до нижней, как показано на черт. 1.



Черт. 1

1—верхняя поверхность; 2—фрезерование или строгание; 3—поверхность излома; 4—нижняя поверхность; 5—сверление

Метод 2. Если верхнюю и нижнюю поверхности куска определить легко, но толщина куска так велика, что точечную пробу трудно отобрать вышеуказанным способом, то сверление можно проводить перпендикулярно поверхности излома в четырех симметрично расположенных местах. При этом наружная кромка крайних отверстий должна находиться на расстоянии не более 5 мм от верхней и нижней поверхности куска, как показано на черт. 2. Глубина отверстий должна быть одинакова.



Черт. 2

1—верхняя поверхность; 2—поверхность излома; 3—нижняя поверхность; 4—сверление

Метод 3. Если верхнюю и нижнюю поверхности куска определить трудно, то точечную пробу отбирают на произвольно выбранном сечении куска, в произвольно выбранном месте.

2.3. Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу согласно требованиям ГОСТ 17260—80.

3. ПОДГОТОВКА ПРОБ К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Для получения средней лабораторной пробы объединенную пробу измельчают до размера кусков, полностью проходящих через сетку № 10 по ГОСТ 3306—70, и сокращают в соответствии с требованиями табл. 4.

3.2. Масса лабораторной пробы должна быть не менее 50 г. Количество лабораторных проб должно соответствовать указанному в ГОСТ 17260—80. Максимальный размер частиц в лабораторной пробе должен соответствовать указанному в стандартах на методы химического анализа ферросплавов.

3.3. Для подготовки средней лабораторной пробы из объединенной достаточно три—четыре стадии сокращения. Пример подготовки средней лабораторной пробы дан в справочном приложении 1.

Таблица 4

Размер максимальной частицы в пробе, мм	Минимальная масса сокращенной пробы, кг
10,0	15,0
5,0	4,0
3,0	1,5
1,0	0,4
0,25	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Методы подготовки проб должны обеспечивать погрешность, указанную в табл. 5.

Таблица 5

Ферросплав	Погрешность подготовки проб ($\pm B_n$), %			
	Хром	Кремний	Марганец	Азот
Феррохром:				
легкодробимый	0,4	—	—	—
труднодробимый	0,6	—	—	—
Ферросиликохром	0,4	0,4	—	—
Ферросилиций	—	0,6	—	—
Ферросиликомарганец	—	0,3	0,3	—
Ферромарганец	—	—	0,3	—
Феррохром азотированный	0,40	—	—	0,40

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБЩАЯ ПОГРЕШНОСТЬ ОПРОБОВАНИЯ

4.1. Общую погрешность опробования, погрешность отбора и подготовки проб, а также погрешность метода анализа устанавливают по содержанию основного компонента, указанного в табл. 6.

Ферросплавы	Основные элементы
Феррохром	Массовая доля хрома
Ферросиликохром	Массовая доля хрома и кремния
Ферросилиций	Массовая доля кремния
Ферросиликомарганец	Массовая доля кремния и марганца
Ферромарганец	Массовая доля марганца
Феррохром азотированный	Массовые доли хрома и азота

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Исходные данные для расчета параметров опробования даны в справочном приложении 2.

4.3. Общая погрешность опробования при доверительной вероятности 95% должна соответствовать табл. 7 и 8.

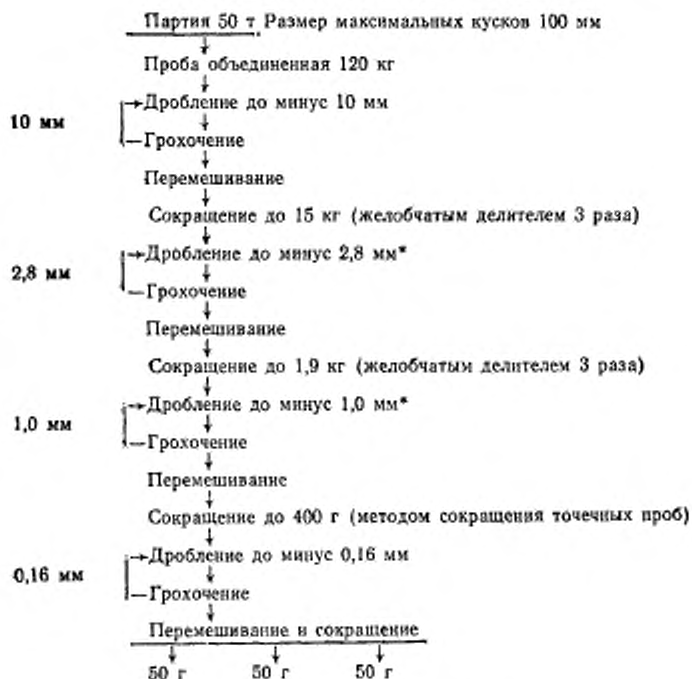
(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 7

Масса пробного ферросплав. т	Общая погрешность ($\pm \rho_{\text{общ.}}$), %								
	Феррохром		Ферросиликохром	Ферросилиций	Ферросилико-марганец	Ферромарганец			
	трудно-дробный	легко-дробный							
	Хром			Кремний			Марганец		
Св. 1000 до 2500	0,78	0,64	0,64	0,66	0,91	0,56	0,57	0,63	
» 500 » 1000	0,79	0,65	0,65	0,67	0,92	0,56	0,58	0,64	
» 250 » 500	0,79	0,66	0,65	0,68	0,93	0,57	0,59	0,65	
» 100 » 250	0,80	0,67	0,67	0,69	0,94	0,58	0,60	0,67	
» 50 » 100	0,82	0,68	0,68	0,70	0,95	0,59	0,61	0,69	
» 25 » 50	0,83	0,70	0,70	0,73	0,96	0,60	0,63	0,72	
» 10 » 25	0,86	0,77	0,76	0,80	1,02	0,65	0,69	0,80	
» 5 » 10	0,91	0,80	0,80	0,85	1,06	0,68	0,73	0,87	
» 5 » 5	0,91	0,85	0,86	0,92	1,12	0,73	0,79	0,96	

Масса опробуемого ферро- сплава, т	Общая погрешность, ($\pm\beta_{0,05}$), %	
	Феррохром азотирующий	
	Хром	Азот
Св. 5 до 8	0,57	0,44
> 3 > 5	0,59	0,45
> 1 > 3	0,62	0,47
> 0,5 > 1	0,67	0,49
> 0,5	0,78	0,58

Пример подготовки объединенной пробы



Три лабораторные пробы для химического анализа

* Одну из стадий допускается опустить.

Исходные данные для расчета параметров опробования

1.1. Количество точечных проб, общую погрешность опробования партии рассчитывали по ГОСТ 17260—80.

1.2. Неоднородность партии определена экспериментально и указана в табл. 1.

Таблица 1

Ферросплав	Среднее квадратическое отклонение между точечными пробами (σ_1), %			
	Хром	Кремний	Марганец	Азот
Феррохром	0,8	—	—	—
Ферросиликохром	0,8	0,9	—	—
Ферросилиций	—	0,9	—	—
Ферросиликомарганец	—	0,65	0,75	—
Ферромарганец	—	—	1,0	—
Феррохром азотированный	0,62	—	—	0,37

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Погрешность отбора проб ($\pm\beta_{от}$) принимали от $\pm 0,3\%$ для самой большой партии до $\pm 0,7\%$ для самой малой партии, для промежуточных партий величина $\beta_{от}$ определялась путем экстраполяции.

1.4. Среднее квадратическое отклонение подготовки проб (σ_2) определено экспериментально и указано в табл. 2.

Таблица 2

Ферросплав	Среднее квадратическое отклонение подготовки проб (σ_2), %			
	Хром	Кремний	Марганец	Азот
Феррохром:				
труднодробимый	0,3	—	—	—
легкодробимый	0,2	—	—	—
Ферросиликохром	0,2	0,2	—	—
Ферросилиций	—	0,3	—	—
Ферросиликомарганец	—	0,15	0,15	—
Ферромарганец	—	—	0,15	—
Феррохром азотированный	0,20	—	—	0,20

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.5. Среднее квадратическое отклонение метода анализа (σ_m) пересчитано из предельного допустимого отклонения между параллельными определениями по формуле

$$\sigma_m = d/2,77,$$

где d — предельное допустимое отклонение между параллельными определениями;

2,77 — коэффициент пересчета для двух параллельных определений.

Величины σ_m , принятые для расчета общей погрешности, указаны в табл. 3.

1.6. При изменении технологии выплавки или разливки, методов формирования партий и других факторов исходные данные определяются экспериментально.

Таблица 3

Ферросплав	Методы химического анализа	Максимальное допустимое отклонение между параллельными определениями (α), %	Среднее квадратическое отклонение метода анализа (σ _м), %										
			пересчитанное из 4 для двух параллельных определений				принятое для расчета погрешности (β, 0,6σ)						
			Хром	Кремний	Марганец	Азот	Хром	Кремний	Марганец	Азот			
Феррохром	По ГОСТ 21600.17—83	0,45Cr	0,162	—	—	—	—	0,20	—	—	—	—	—
Ферросиликохром	По ГОСТ 13201.1—77	0,40Cr	0,144	—	—	—	—	0,20	—	—	—	—	—
	ГОСТ 13201.2—77	0,50Si	—	0,18	—	—	—	—	0,20	—	—	—	—
Ферросилиций	По ГОСТ 13230.1—81	0,60Si	—	0,22	—	—	—	—	0,30	—	—	—	—
Ферросилкомарганец	По ГОСТ 13230.1—81 (двал. 25—50% Si)	0,50Si	—	0,10	—	—	—	—	0,20	—	—	—	—
	ГОСТ 21876.1—76	0,50Mn	—	—	0,18	—	—	—	—	0,20	—	—	—
Феррохроммарганец	По ГОСТ 21876.1—76	0,50Mn	—	—	0,18	—	—	—	—	0,20	—	—	—
Феррохром азотированный	По ГОСТ 21600.17—83	0,40α	0,144	—	—	—	—	0,15	—	—	—	—	0,05
	По ГОСТ 21600.6—83	0,14	—	—	—	—	0,050	—	—	—	—	—	—

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *С. И. Бобарыкин*
Технический редактор *Э. В. Мизий*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 23.06.87 Подл. в печ. 28.10.87 1,0 усл. в. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,56 уч.-изд. л.
Тираж 4000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Видьинская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 3065.