УДК 669.11—492.001.4 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения углерода

Iron powder.
Methods for the determination of carbon

ГОСТ
16412.7—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает газообъемный (при массовой доле углерода от 0,01% и выше) и кулонометрический (при массовой доле углерода от 0,002% и выше) методы определения углерода в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

2. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески железного порошка в токе кислорода при температуре 1250—1300°С с последующим поглощением образующегося углекислого газа раствором гидроксида калия (натрия).

Содержание углерода определяют по разности первоначального объема и объема газов, полученного после поглощения углекислого газа раствором гидроксида калия (натрия).

2.2. Определение углерода (свыше 0,05%) с применением эвдиометра со шкалой до 1,5% углерода

2.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

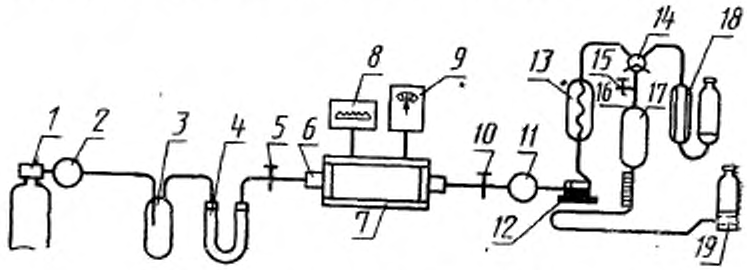
Установка для определения углерода, приведенная на чертеже, состоит из баллона с кислородом, снабженного редукционным вентилем и манометром для пуска и регулирования тока кислорода *2*; поглотительной склянки *3*, содержащей раствор марганцовокисло-

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

го калия с массовой долей 2% в растворе гидроксида калия с массовой долей 20%; U-образной трубки *4*, содержащей в первой половине (по ходу кислорода) натронную известь, а во второй — хлористый кальций; крана для регулирования тока очищенного кислорода *5*; огнеупорной муллито-кремнеземистой трубки *6* внутренним диаметром, определяемым диаметром применяемого затвора и размерами лодочки. Концы трубки, выступающие из печи, должны быть не короче 250 мм. Трубка перед употреблением должна быть прокалена по всей длине при температуре 1250—1300°С в токе кислорода; горизонтальной трубчатой печи *7* с карбидокремниевыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1250—1300°С; терморегулятора *8*, с помощью которого поддерживают постоянную температуру печи; регулятора напряжений *9* (допускается применять другие типы трубчатых печей, обеспечивающих необходимую температуру); двухходового крана *10*; пылеуловителя *11*; фильтропоглотителя *12*, заполненного диоксидом марганца или гранулами гидроперита — для очистки продуктов сгорания от диоксида серы; газоанализатора ГОУ-1, включающего змеевиковый холодильник *13* для охлаждения поступающей из печи газовой смеси (CO_2+O_2); двухходового крана *14*, соединяющего эвдиометр с холодильником, поглотительным сосудом и атмосферой; одноходового крана *15*, соединяющего эвдиометр с атмосферой; эвдиометра *16*, представляющего узкий цилиндрический сосуд с расширением в верхней части. Эвдиометр имеет двойные стенки, пространство между которыми заполняется водой для поддержания постоянной температуры. В верхней части эвдиометра укреплен термометр *17* для измерения температуры газа; узкая часть эвдиометра имеет шкалу для измерения объема газов, соответствующего процентному содержанию углерода в пробе. Деления шкалы соответствуют процентному содержанию углерода исследуемого образца. Эвдиометры градуированы для измерения объема газа при температуре 16 или 20°С и атмосферном давлении 0,101 МПа (760 мм рт. ст). Для других условий вводят поправку на темпера-



туру и атмосферное давление по таблицам приложения 1 и 2 к ГОСТ 22536.1. Сосуд для поглощения углекислого газа *18*, наполненный раствором гидроксида калия (натрия) с массовой долей 40% и снабженный затворными клапанами-поплавками, которые закрывают поглотитель при его наполнении раствором щелочи, исключая возможность попадания раствора щелочи из поглотителя в эвдиометр. Поглотительный сосуд соединен с цилиндрическим сосудом, в который при наполнении поглотительного сосуда газовой смесью перекачивается раствор гидроксида калия (натрия); уравнительная склянка *19* для переведения газовой смеси из эвдиометра в поглотительный сосуд, заполненный затворной жидкостью.

Барометр.

Муфельная печь типа СНОЛ по нормативно-технической документации или любого другого типа, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 900°С.

Крючок, с помощью которого лодочки вводят в трубку для сжигания и извлекают из нее, изготавливают из жароупорной низкоуглеродистой проволоки диаметром 3—5 мм и длиной 500—600 мм.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, прокаленные при температуре не ниже 900°С в течение 6 ч или при рабочей температуре в токе кислорода в течение 2—3 мин.

Лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не следует покрывать смазывающим веществом.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583.

Газоанализатор ГОУ-1.

Известь натронная.

Кальций хлористый.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 4% в растворе гидроксида калия с массовой долей 40%.

Метиловый оранжевый (парадиметиламиноазобензол сульфокислый натрий), водный раствор с массовой долей 0,1%.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 40%.

Затворная жидкость: раствор серной кислоты с массовой долей 2% или раствор хлористого натрия с массовой долей 25%, подкисленный 2—3 каплями серной кислоты. Оба раствора содержат по 2—3 капли раствора метилового оранжевого.

2.2.2. *Подготовка к анализу*

Перед началом работы установку приводят в рабочее состояние. Концы фарфоровой трубки закрывают резиновыми пробками со вставленными в них стеклянными трубками или затвором.

Фарфоровую трубку, все соединения и краны установки проверяют на герметичность. Для этого один конец фарфоровой трубки соединяют резиновым шлангом через поглотительные банки для очистки кислорода с баллоном, содержащим кислород, а второй конец с аппаратом ГОУ-1.

Поглотительный сосуд наполняют раствором гидроксида калия (натрия), а в уравнительную склянку наливают 450 см³ затворной жидкости. После наполнения уравнительной склянки свежей жидкостью необходимо произвести несколько предварительных сжиганий навески стали для насыщения жидкости углекислым газом до получения стабильных результатов определения углерода в стандартном образце. Затем двухходовой кран *14* ставят в положение, разъединяющее бюретку, поглотительный сосуд и холодильник между собой. Открыв кран *15*, соединяющий эвдиометр с атмосферой, поднимают уравнительную склянку, при этом эвдиометр наполняется жидкостью. После заполнения эвдиометра жидкостью кран *15* закрывают, кран *14* ставят в положение, при котором эвдиометр соединяется с поглотительным сосудом.

Спустив уравнительную склянку, дают жидкости стечь из эвдиометра. При этом уровень раствора щелочи в поглотительном сосуде повышается, поднимая поплавок.

Как только поплавок закроет выход из поглотительного сосуда кран *14* и одноходовой кран *15* ставят в положение, при котором эвдиометр соединяется с атмосферой. Поднимая уравнительную склянку, наполняют эвдиометр жидкостью до верхнего предела. После заполнения эвдиометра жидкостью кран *15*, соединяющий его с атмосферой, закрывают, а уравнительную склянку опускают. Если аппарат герметичен, то поглотительный сосуд остается заполненным щелочью, а уровень жидкости в эвдиометре остается без изменений. Если же жидкость в эвдиометре опускается, то аппарат негерметичен. Его следует разобрать, проверить краны, смазать их вазелином и снова проверить на герметичность.

Перед началом работы проверяют правильность установки нулевого деления шкалы. Для этого кран *14* ставят в положение, разъединяющее все части системы. Открывают кран *15*, соединяющий эвдиометр с атмосферой, ставят уравнительную склянку на нижнюю подставку и дают затворной жидкости стечь. При этом уровни затворной жидкости в нижней части эвдиометра и в уравнительной склянке устанавливаются на одной высоте. Подвижную шкалу передвигают так, чтобы ее нулевое деление совпало с нижним уровнем затворной жидкости в эвдиометре. Не закрывая кран *15*, поднимают уравнительную склянку на верхнюю подставку, при этом эвдиометр заполняется затворной жидкостью. Кран *15* закрывают.

2.2.3. *Проведение анализа*

Навеску железного порошка массой 1 г помещают в фарфоровую лодочку. Эвдиометр должен быть заполнен жидкостью; поглотительный сосуд должен быть заполнен раствором гидроксида калия (натрия), а кран *15* должен быть закрыт.

Лодочку с навеской помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, конец которой немедленно закрывают резиновой пробкой или затвором. Через 10—20 с (время, необходимое для того, чтобы лодочка и навеска приняли температуру печи) пропускают ток кислорода со скоростью $0{,}33 \cdot 10^{-5}$ м³/с (200 см³/мин). С помощью крана *14* на некоторое время разъединяют холодильник *13* и эвдиометр *16*, чтобы начало сжигания проходило под некоторым давлением кислорода, затем кран *14* ставят в положение, при котором газовая смесь поступает в эвдиометр. Уравнительную склянку ставят на подставку, находящуюся в верхней части газоанализатора. В таком положении уравнительную склянку оставляют до тех пор, пока смесь не вытеснит жидкость из верхней широкой части эвдиометра. Затем уравнительную склянку ставят на подставку в нижнее положение и оставляют до тех пор, пока уровень жидкости в эвдиометре не опустится почти до нулевого деления шкалы; тут же прекращают поступление кислорода, перекрывая кран *14*. Одновременно прекращают подачу кислорода из баллона. После этого разъединяют пробку с фарфоровой трубкой и извлекают из трубки лодочку. Уровень жидкости в эвдиометре устанавливают на нулевом делении шкалы, при этом уровень в эвдиометре должен быть на одной линии с уровнем жидкости в уравнительной склянке. Затем, меняя положение крана *14*, газовую смесь ($CO_2 + O_2$) из эвдиометра переводят в поглотитель *18*. Из поглотителя *18* остаток газа снова перекачивают в бюретку *16*; эту операцию повторяют. Затем устанавливают кран *14* в положение полного разъединения эвдиометра с поглотителем и измеряют объем газа в эвдиометре. Для этого жидкость в уравнительной склянке и эвдиометре устанавливают на одном уровне и дают выдержку 20 с, чтобы стекла жидкость, остающаяся на стенках эвдиометра. Уравнивают мениски и по шкале эвдиометра определяют объем поглощенного углекислого газа, пропорциональный содержанию углерода в анализируемом материале. Отмечают температуру газа в бюретке и атмосферное давление по барометру. Затем освобождают бюретку от газа и подготавливают аппарат для последующего сжигания.

2.2.4. *Обработка результатов*

2.2.4.1. После окончания анализа по таблицам приложения 1 и 2 ГОСТ 22536.1 находят поправку на температуру и давление, при котором проводилось определение углерода.

Массовую долю углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot m_1 \cdot K}{m},$$

где A — показания шкалы эвдиометра после поглощения углекислого газа, образующегося при сжигании навески железного порошка, %;

A_1 — показания шкалы эвдиометра после поглощения углекислого газа, образующегося при проведении контрольного опыта, %;

m_1 — масса навески, по которой отградуирован прибор, г;

K — поправочный коэффициент на температуру и давление;

m — масса навески железного порошка, г.

2.2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005 включ	0,001
Св 0,005 » 0,01 »	0,002
» 0,01 » 0,02 »	0,004
» 0,02 » 0,05 »	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,015
» 0,20 » 0,40 »	0,020

2.3. Определение углерода (0,01—0,2%) с применением эвдиометра со шкалой до 0,25% углерода

2.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Аппаратура, реактивы, растворы и схема установки—по п. 2.2.1 с дополнениями.

Электропечь двухтрубчатая.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые, длиной 750 мм, внутренним диаметром, определяемым диаметром применяемого затвора и размерами лодочки. Одна из них служит для очистки кислорода от примесей, содержащих углерод, другая — для сжигания навесок.

Для очистки газов, поступающих из первой трубки, служат две промывные склянки: с раствором гидроксида бария с массовой долей 5% для поглощения углекислого газа, содержащегося в

техническом кислороде, и с концентрированной серной кислотой — для поглощения влаги.

Эвдиометр со шкалой 0,25 % углерода.

Уравнительная склянка с боковой трубкой.

Бария гидроксид по ГОСТ 4107, раствор с массовой долей 5 %.

2.3.2. *Подготовка аппаратуры*

Перед началом работы установку приводят в рабочее состояние. Концы фарфоровых трубок закрывают резиновыми пробками со вставленными в них стеклянными трубками или затвором. Один конец фарфоровой трубки, предназначенной для очистки кислорода от примесей, содержащих углерод, соединяют резиновым шлангом через очистительные склянки с кислородным баллоном, другой конец через склянки для очистки газов соединяют с одним концом фарфоровой трубки, предназначенной для сжигания навесок. Второй конец трубки для сжигания с помощью резинового шланга соединяют с газоанализатором ГОУ-1. После этого установку проверяют на герметичность при рабочей температуре по п. 2.2.2.

2.3.3. *Проведение анализа*

Навеску железного порошка массой 1 г помещают в фарфоровую лодочку и проводят анализ по п. 2.2.3.

2.3.4. *Обработка результатов*

2.3.4.1. Обработку результатов производят, как указано в п. 2.2.4.

2.3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески железного порошка в токе кислорода при температуре 1300—1350°С. Образующийся углекислый газ поглощается раствором и вызывает повышение кислотности и изменение ЭДС индикаторной системы pH-метра. Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения pH поглотительного раствора и пропорциональное концентрации углерода в образце, фиксируется кулонометром – интегратором тока, показывающим непосредственное количество углерода в процентах.

3.2. Аппаратура и реактивы

Кулонометрическая установка типа АН 7529, АН 7560 со всеми принадлежностями или любого другого типа, обеспечивающая необходимую точность результатов анализа.

Горизонтальная трубчатая печь любого типа, обеспечивающая нагрев до температуры 1350°С.

Кислород по ГОСТ 5583.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые с внутренним диаметром, определяемым диаметром применяемого затвора и размерами лодочки.

Муфельная печь типа СНОЛ по нормативно-технической документации или любого другого типа, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 900°С.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, прокаленные при температуре не ниже 900°С в течение 6 ч или при рабочей температуре в токе кислорода в течение 2—3 мин.

Лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не следует покрывать смазывающим веществом. При определении углерода менее 0,05 % лодочки должны быть свежепрокаленными.

Марганца диоксид по ГОСТ 4470.

Гидроперит по нормативно-технической документации.

Поглотительный и вспомогательный растворы готовят в соответствии с типом применяемой кулонометрической установки.

3.3. Проведение анализа

Прибор подготовляют к работе в соответствии с инструкцией.

Навеску железного порошка массой 0,5—1,0 г переносят в фарфоровую лодочку; лодочку помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки для сжигания, которую быстро закрывают затвором. Нажимают кнопку «сброс» и устанавливают показание индикаторного цифрового табло на «нуль». Сжигают железный порошок при температуре 1250—1300°С. После полного сгорания железного порошка, о чем судят по завершению процесса титрования, записывают результат анализа по показанию цифрового табло, открывают затвор и извлекают лодочку.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю углерода определяют по цифровому табло анализатора за вычетом результата контрольного опыта.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Академией наук УССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Клименко, канд. техн. наук; **А. Е. Кущевский**, канд. хим. наук; **В. А. Дубок**, канд. хим. наук (руководитель темы); **В. И. Корнилова**, канд. хим. наук; **В. В. Гарбуз**, канд. хим. наук; **Л. Д. Бернацкая**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.05.91 № 692

3. ВЗАМЕН ГОСТ 16412.7—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 4107—78	2.3.1
ГОСТ 4204—77	2.2.1; 2.3.1
ГОСТ 4233—77	2.2.1; 2.3.1
ГОСТ 4470—79	3.2
ГОСТ 5583—78	2.2.1; 2.3.1; 3.2
ГОСТ 9147—80	2.2.1; 2.3.1; 3.2
ГОСТ 20490—75	2.2.1; 2.3.1
ГОСТ 22536.1—88	2.1
ГОСТ 28473—90	Разд. 1

gost.e-ecolog.ru