УДК 669.85/.86 : 546.26.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕДКИЕ МЕТАЛЛЫ И СПЛАВЫ НА ИХ ОСНОВЕ

Метод определения углерода

Rare metals and their alloys.
Method for the determination of carbon

ГОСТ 22720.3—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 сентября 1977 г. № 2341 срок введения установлен

с 01.01.79

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 27.07.83 № 3511 срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ниобий, тантал, вольфрам, цирконий, гафний, ванадий, редкоземельные металлы, их сплавы и устанавливает метод сожжения пробы в токе кислорода с кулонометрическим окончанием (при определении массовой доли углерода от 0,005 до 0,2%) и с газообъемным окончанием (при определении массовой доли углерода от 0,02% и выше) для определения углерода.

Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода. При этом содержащийся в пробе углерод окисляется до двуокиси углерода, количество которой определяют кулонометрическим или газообъемным способом. В случае кулонометрического окончания измеряют количество электричества, затраченного на генерирование реактива, вступающего в реакцию с двуокисью углерода. Газообъемное окончание основано на поглощении двуокиси углерода раствором едкого калия и установлении (по разности) ее объема с помощью газоизмерительной бюретки-эвдиометра.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 22720.0—77.

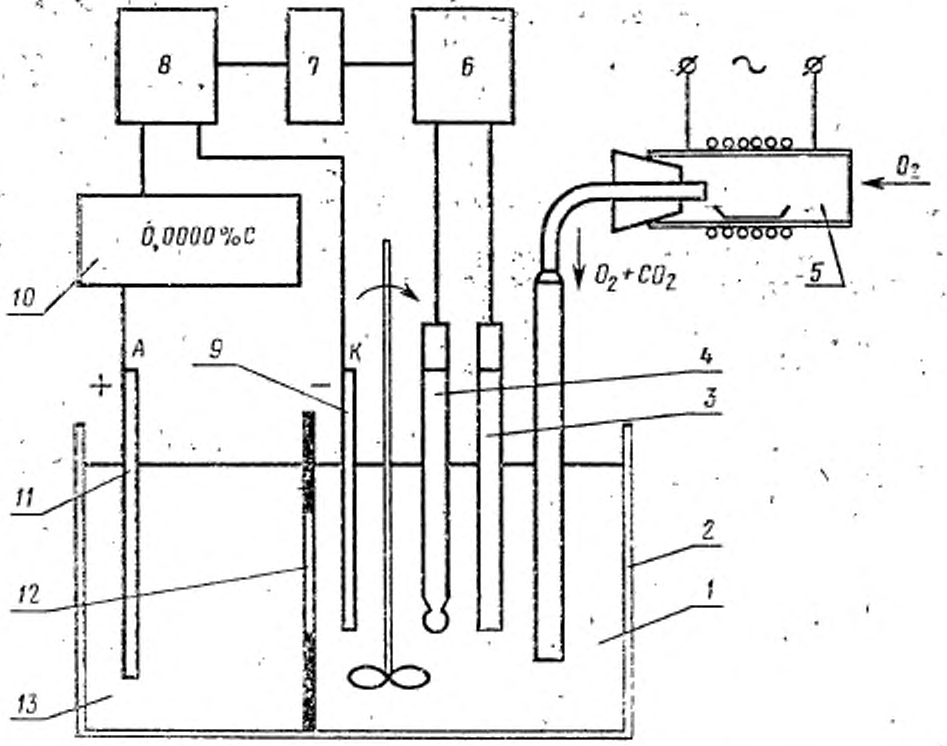
Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Ноябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка с кулонометрическим датчиком для определения углерода (черт. 1).

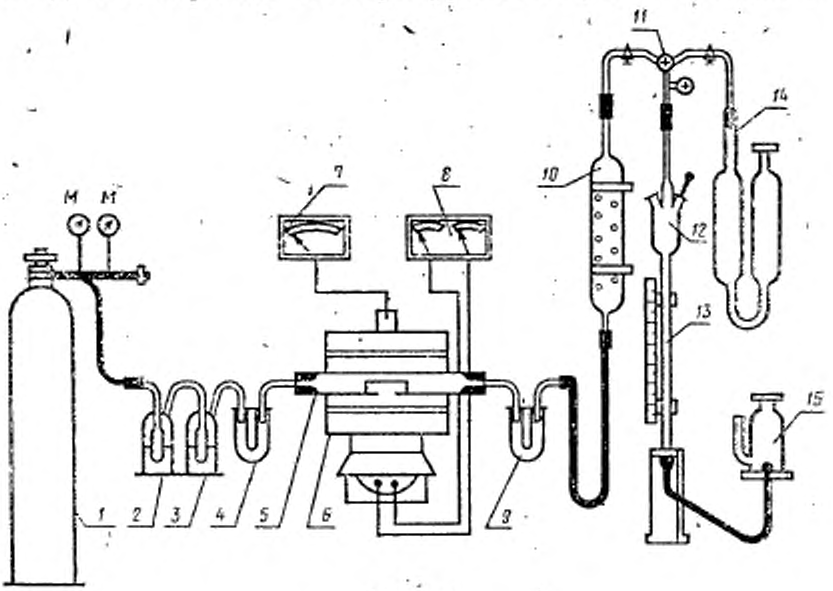


1—поглотительный раствор; *2*—электролитическая ячейка; *3*—электрод сравнения; *4*—стеклянный электрод; *5*—трубчатая печь; *6*—pH-метр; *7*—регулятор; *8*—источник постоянного тока; *9*—катод; *10* интегратор; *11*—анод; *12*—полупроницаемая мембрана; *13*—вспомогательный раствор

Черт. 1

Установка для определения углерода с газообъемным окончанием для определения углерода изображена на черт. 2. Установка состоит из следующих элементов: кислородного баллона с редуктором *1;* промывной склянки *2* с 30%-ным раствором едкого кали, содержащим 5%-ный марганцовокислый калий; склянки *3* с концентрированной серной кислотой; U-образной трубки *4* с натронной известью и хлористым кальцием; горизонтальной электрической трубчатой печи *6* длиной около 250 мм с силитовыми стержнями, обеспечивающей нагрев до 1300°С, снабженной терморегулятором *8* и термопарой (платино-платинородиевой) с гальванометром *7;* фарфоровой трубки *5* диаметром 18—20 мм. Длина трубки зависит от размера печи, концы ее должны выступать из печи не менее чем на 170 мм с каждой стороны, перед применением трубку прокаливают по всей длине при 1000—1300°С; U-образной трубки *9,* наполненной стеклянной ватой для улавливания твердых ча-

стиц, увлекаемых из трубки током кислорода; газоанализатора ГОУ-1 по ГОСТ 10713—75, состоящего из змеевикового холодильника *10* для охлаждения поступающей в газоизмерительную бюретку смеси газов (CO_2+O_2); трехходового крана *11*, через который газовая смесь из печи и холодильника поступает в газоизмерительную бюретку; газоизмерительной бюретки-микроэвдиометра *13* со шкалой от 0 до 0,25% углерода; термометра *12*, предназначенного для измерения температуры газов; поглотителя *14* с ав-



Черт. 2

томатическим затвором (поплавком), наполненным 40%-ным раствором едкого кали, который следует менять каждые две-три недели; уравнительной склянки *15* для перекачивания газовой смеси из бюретки в поглотитель. Уравнительную склянку наполняют 16—17%-ным раствором сернокислой меди плотностью 1,2 г/см³.

Барометр-анероид.

Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583—78.

Лодочки фарфоровые длиной 70 мм, шириной 10 мм и высотой 10 мм, прокаленные в токе кислорода при 1000°С.

Крючок из жаростойкой стали длиной 700 мм.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76, прокаленная при 1000°С и проверенная на содержание углерода.

Эфир этиловый.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, прокаленная при 1000°С.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка кулонометрического анализатора

Печь для сжигания образцов нагревают до 1200°С, пропуская ток кислорода; включают и прогревают прибор АН-160 в течение 30—40 мин. Стабилизируют работу всех частей установки.

Проверку калибровки прибора АН-160 проводят с помощью стандартного образца, по составу и содержанию углерода сходному с анализируемыми образцами. После проверки работы установки по стандартному образцу приступают к сожжению анализируемых проб.

3.2. Подготовка газообъемного анализатора

Собирают установку по схеме (см. черт. 2). После достижения температуры печи 1100—1200°С проверяют герметичность всей системы. Устанавливают скорость прохождения кислорода 3—5 пузырьков в 1 с. Правильность работы всей установки определяют по данным анализа стандартного образца. Например, С. О. № 304. Ниобий или С. О. № 284-а. Сталь.

Для проведения одного анализа берут три пробы в виде порошка или стружки, масса которых в зависимости от анализируемого материала указана в табл. 1.

Таблица 1

Анализируемый материал	Температура в печи, °С	Масса образца, г	Плавни
Ниобий и сплавы на его основе	1200	0,5	Без плавней
Тантал и сплавы на его основе	1200	0,5	То же
Редкоземельные металлы и сплавы на их основе	1000	0,5	Для предотвращения вспышки навеску покрывают тонким слоем двуокиси кремния в соотношении 1 : 1
Ванадий	1000	0,5	Без плавней
Вольфрам	1100	0,5	То же
Молибден	1100	0,5	Навеску в лодочке покрывают равномерным слоем окиси кальция в соотношении 1 : 5, которая соединяется с летучей трехокисью молибдена и образует нелетучее соединение
Цирконий, гафний	1100	0,5	В связи с высокой экзотермичностью реакции навеску в лодочке покрывают равномерным тонким слоем двуокиси кремния в соотношении 1 : 1

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску анализируемого материала, предварительно промытую этиловым эфиром и высушенную, помещают в фарфоровую лодочку и в случае необходимости покрывают равномерным слоем плавня в соответствии с требованиями, указанными в табл. 1.

4.1. Проведение анализа на установке с кулонометрическим анализатором АН-160

Лодочку с навеской помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки для сжигания и закрывают затвор фарфоровой трубки. По мере поглощения углекислого газа раствором электролитической ячейки автоматически производится отсчет на цифровом табло прибора АН-160. Анализ считается законченным в том случае, когда цифровые показатели не изменяются в течение 1 мин или изменяются не более чем на величину поправки контрольного опыта, которая не должна превышать 3 имп. в минуту. Параллельно с анализом образца проводят контрольный опыт. Содержание углерода записывают по показанию цифрового табло с учетом величины поправки контрольного опыта.

4.2. Проведение анализа на установке с газообъемным анализатором

Лодочку с навеской вводят при помощи крючка (со стороны подачи кислорода) в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, конец которой быстро закрывают резиновой пробкой. Другой конец трубки с помощью резинового шланга соединяют с аппаратом ГОУ-1 (см. черт. 2). В трубку пропускают ток кислорода со скоростью 3—5 пузырьков в секунду. Далее анализ производят, как указано в ГОСТ 2604.1—77.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При определении углерода с кулонометрическим анализатором АН-160 результат выдается автоматически в процентах и фиксируется на световом табло.

При определении углерода с газообъемным анализатором ГОУ-1 массовую долю углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = A \cdot K/m,$$

где A — показания шкалы эвдиометра;

K — поправочный коэффициент на атмосферное давление и температуру, который находят по таблицам, прилагаемым к прибору;

m — масса образца, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений с вероятностью $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2. Для промежу-

точных значений массовых долей углерода допускаемые расхождения определяют линейной интерполяцией.

Таблица 2

Массовые доли углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Массовые доли углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-2}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$1{,}5 \cdot 10^{-2}$	2,0	$3 \cdot 10^{-1}$

Изменение № 1 ГОСТ 22720.3—77 Редкие металлы и сплавы на их основе. Метод определения углерода

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 02.03.88 № 427

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта поставить код: ОКСТУ 1709.

Раздел 2 после второго абзаца дополнить абзацами: «Экспресс-анализатор на углерод АН-7529, АН-7560 или другой марки.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207—75.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76.

Борная кислота по ГОСТ 9656—75.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140—74.

Меди окись порошок по ГОСТ 16539—79.

Аскарит»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.1. Заменить слова: «прибор АН-160» на «анализатор на углерод»; исключить слова: «составу и».

Пункт 3.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Анализируемый материал	Температура в печи, °С	Масса образца, г	Плавни
Ниобий	1150—1250	0,5	Навеску в лодочке покрывают равномерным слоем окиси меди в соотношении 1:2
Сплавы на его основе	1200—1300	0,5	
Тантал и сплавы на его основе	1200	0,5	Без плавней
Редкоземельные металлы и сплавы на их основе	1000	0,5	Для предотвращения вспышки навеску покрывают тонким слоем двуокиси кремния в соотношении 1:1
Ванадий	1000	0,5	Без плавней
Вольфрам	1100	0,5	То же
Молибден	1100	0,5	Навеску в лодочке покрывают равномерным слоем окиси кальция в соотношении 1:5, которая соединяется с летучей трехокисью молибдена и образует нелетучее соединение
Цирконий, гафний	1100	0,5	В связи с высокой экзотермичностью реакции навеску в лодочке покрывают тонким слоем двуокиси кремния в соотношении 1:1

gost.e-ecolog.ru

[illegible] наименование. Исключить обозначение: АН-160;

первый абзац. Заменить слова: «прибор АН-160» на «анализатор на углерод».

Пункт 5.1. Первый абзац после обозначения АН-160 дополнить обозначениями: АН-7529, АН-7560.

(ИУС № 5 1988 г.)