УДК 669.25 : 546.26.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 741.3—80

КОБАЛЬТ

Метод определения углерода

COBALT
Method for the determination of carbon

Взамен
ГОСТ 741.3—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения углерода от 0,002 до 0,2%.

Метод основан на сжигании анализируемого металла в токе кислорода при 1300—1350 °С и поглощении углекислого газа слабощелочным раствором электролита. Определение заканчивают потенциометрическим титрованием.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.0—80.

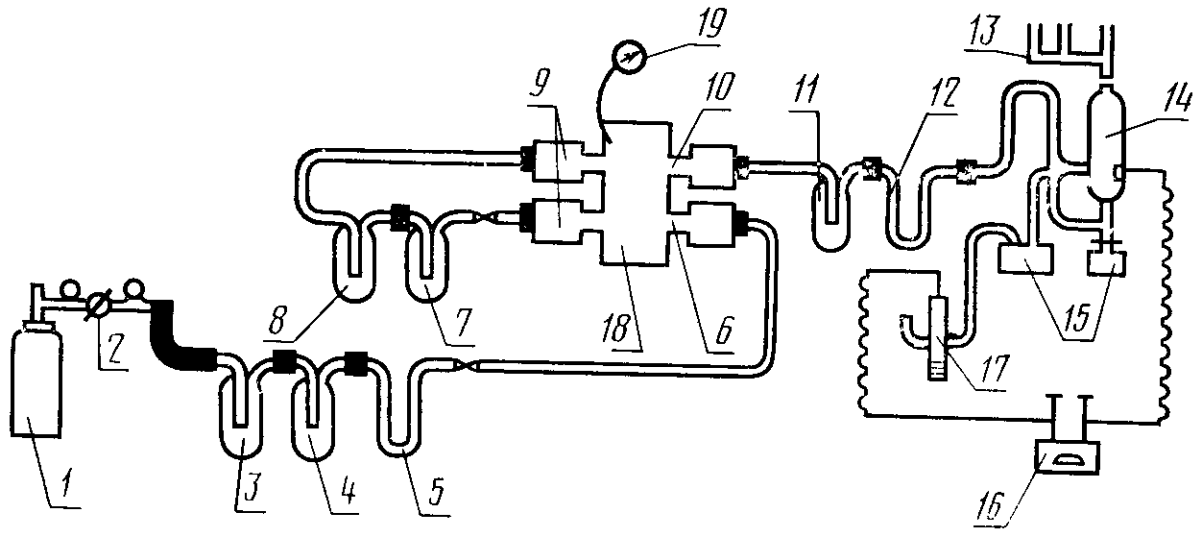
2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения углерода (черт. 1).

Установка состоит из следующих элементов: баллона с кислородом *1*, снабженного редукционным вентилем *2;* склянки Тищенко или Дрекселя *3*, содержащей 4%-ный раствор марганцовокислого калия в 50%-ном растворе гидроокиси калия; поглотительной склянки *4* любой конструкции с концентрированной серной кислотой; U-образной трубки *5*, содержащей хлористый кальций; очистительной фарфоровой трубки *6;* поглотительной склянки *7* любой конструкции, содержащей раствор для очистки кислорода; поглотительной склянки *8* любой конструкции с концентрированной серной кислотой; медных муфточек (холодильников) *9* для охлаждения концов фарфоровых трубок; фарфоровой трубки *10*

gost.e-ecolog.ru

Установка для определения углерода



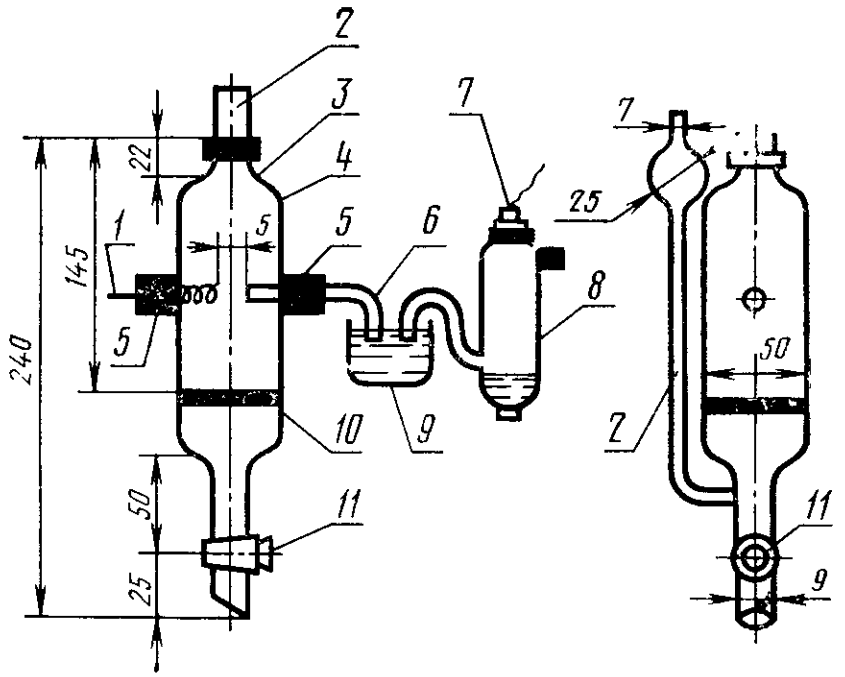
Черт. 1

(сжигательной) «пиролан» длиной 650—750 мм, внутренним диаметром 18—22 мм, концы которой, выходящие из печи, должны быть длиной не менее 100 мм; поглотительной склянки любой конструкции *11* с раствором бихромата калия в концентрированной серной кислоте для поглощения окислов серы из смеси газов, выходящих из сжигательной фарфоровой трубки; U-образной трубки *12,* заполненной стеклянной ватой для очистки смеси газов от механических примесей; микробюретки *13* вместимостью 2—10 мл; стеклянной потенциометрической ячейки *14* (черт. 2); стеклянных стаканчиков *15*; милливольтметра-микроампермет"а *16* типа М 198/3 для измерения потенциалов; каломельного электрода *17*; двухтрубчатой печи *18* с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1350 °С; терморегулятора *19* для регулирования и поддержания необходимой температуры в печи с термопарой и гальванометром.

Потенциометрическая ячейка (черт. 2) состоит из следующих элементов: платинового электрода *1;* трубки с шариком *2,* подводящей газ в ячейку; горловины ячейки *3*; ячейки *4*; двух отростков *5* для введения резиновых пробок с электродом и агар-агаровым ключом; агар-агарового ключа *6;* медного провода *7;* насыщенного каломельного полуэлемента *8*; соединительного стакана *9,* заполненного насыщенным раствором хлористого калия; пористой стеклянной пластинки (фильтр Шотта № 2) *10;* стеклянного крана *11.*

Лодочки фарфоровые № 2 по ГОСТ 6675—73. Перед применением лодочки прокаливают в токе кислорода при 1250—1300 °С и хранят в эксикаторе.

Потенциометрическая ячейка



Черт 2

Трубки резиновые эластичные внутренним диаметром 5—6 мм.

Кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583—78.

Барий гидрат окиси по ГОСТ 4107—78.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Калия гидроокись, 50%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 4%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 4161—77.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Плавень. Медь марки М1 по ГОСТ 859—78 в виде полоски толщиной 0,5—1 мм.

Электролит: 10 г хлористого бария растворяют в 1 л прокипяченной и охлажденной дистиллированной воды. К полученному раствору приливают 5 мл этилового спирта и 5 мл 3%-ного раствора перекиси водорода.

Титрованный раствор гидрата окиси бария: 0,8 г гидрата окиси бария растворяют в 1 л воды, прокипяченной в течение 2 ч. Для приготовления раствора гидроокиси бария берут навеску 2 г при массовой доле углерода в пробах более 0,04%.

Раствор плотно закрывают и через 2—3 сут декантируют в стеклянный баллон микробюретки. Предварительно стеклянный стакан и микробюретка должны быть тщательно промыты прокипяченной водой.

Раствор для очистки кислорода от двуокиси углерода: в 1 л прокипяченной и охлажденной дистиллированной воды растворяют 20 г гидроокиси бария и 60 г хлористого бария. Раствор оставляют на 2—3 сут, затем декантируют в колбу и хранят, закрыв пробкой с хлоркальциевой трубкой.

Допускается использовать другие приборы, обеспечивающие требуемую точность анализа.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Все элементы установки плотно соединяют друг с другом встык при помощи резиновых трубок. Печь нагревают до 1300—1350 °С, предварительно пустив водопроводную воду в муфточки для охлаждения пробок. Проверяют установку на герметичность. Для этого пускают кислород с такой скоростью, чтобы можно было пересчитать пузырьки кислорода в сосудах очистительной системы, каучуковую трубку закрывают зажимом в конце системы; если через 5 мин прекратится выделение пузырьков в сосудах, то установка герметична. Кобальтовая стружка должна быть размером не более 0,5 мм.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В сосуд для титрования наливают 80—100 мл раствора электролита. При помощи резиновой трубки и пробки соединяют сосуд с фарфоровой трубкой и пропускают кислород с такой скоростью, чтобы жидкость в сосуде для титрования энергично перемешивалась и у стенок сосуда образовался слой пены в 4—5 мм. При дальнейшем ходе анализа подачу кислорода не прекращают.

Сосуд имеет три отверстия: через одно отверстие вводят платиновую проволоку — индикаторный электрод (катод), через другое — электролитический ключ, соединяющий поглотительный сосуд с электродом сравнения (анод). К электродам присоединяют милливольт-микроамперметр постоянного тока и фиксируют положение стрелки (стрелка должна быть значительно отклонена вправо). Через третье отверстие из микробюретки по каплям прибавляют титрованный раствор гидроокиси бария до тех пор, пока стрелка не отклонится влево, не доходя до нуля примерно 5—10 делений. Это начальный потенциал среды. Перед началом работы сжигают три контрольных пробы, содержащие плавень.

Лодочку с навеской кобальта массой 1 г, полностью покрытую плавнем (приблизительно 1 г), вводят в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки для сжигания. Трубку закрывают пробкой, соединяя таким образом печь с кислородным баллоном и сосудом для титрования и следят за показанием стрелки гальванометра. В первый момент поступления кислорода в сосуд для титрования стрелка должна оставаться в первоначальном положении. По мере горения навески вследствие реакции взаимодействия углекислого газа с раствором гидроокиси бария pH раствора изменяется, следовательно, изменяется потенциал электрода, в результате чего стрелка гальванометра отклоняется вправо.

Добавляя титрованный раствор гидроокиси бария, стрелку постепенно возвращают в первоначальное положение. Титрование проводят осторожно. Титрование заканчивается, когда стрелка гальванометра устанавливается неподвижно в первоначальное положение. Если стрелка гальванометра встала в положение ниже первоначального, то раствор перетитрован.

При определении углерода этим методом одной порцией электролита можно пользоваться для 10—15 определений. Сосуд для титрования промывают 10%-ным раствором соляной кислоты, а затем дистиллированной водой до полного удаления кислоты. Собранный сосуд для титрования заливают электролитом, в таком виде аппарат подготовлен к работе и может сохраняться продолжительное время.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем титрованного раствора гидроокиси бария, израсходованный на титрование углекислого газа, выделившегося при сжигании анализируемого образца, мл;

V_1 — объем титрованного раствора гидроокиси бария, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

T — титр раствора гидроокиси бария (установленный по стандартному образцу никеля или стали с массовой долей углерода, близкой к анализируемому образцу), выраженный в граммах углерода;

m — масса навески кобальта, г.

5.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля углерода, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,002 до 0,008	20
„ 0,008 „ 0,05	10
„ 0,05 „ 0,2	5

Изменение № 1 ГОСТ 741.3—80 Кобальт. Метод определения углерода

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 54 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Раздел 2. Второй абзац. Исключить слова: «4 %-ный», «50 %-ный»; заменить слово: «микробюретки» на «бюретки»;

седьмой абзац. Заменить слова: «Барий гидрат окиси» на «Бария гидроокись 8-водная»;

девятый абзац. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор 500 г/$дм^3$»;

десятый абзац. Заменить слова: «4 %-ный раствор» на «раствор 40 г/$дм^3$»;

дополнить абзацем (после одиннадцатого): «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1:3»;

четырнадцатый абзац. Исключить слово: «(пергидроль)»; заменить слова: «3 %-ный раствор» на «раствор 30 г/$дм^3$»;

семнадцатый абзац. Исключить слово: «3 %-ного»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «гидрата окиси» на «гидроокиси»;

девятнадцатый абзац. Заменить слово: «микробюретка» на «бюретка» (2 раза);

(Продолжение см. с. 74)

заменить ссылки: ГОСТ 6675—73 на ГОСТ 9147—80, ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—72.

Пункт 4.1. Заменить слова: «микробюретки» на «бюретки»; исключить слово: «10 %-ным».

Пункт 5.1. Предпоследний абзац изложить в новой редакции: «T — массовая концентрация раствора (титр) гидроокиси бария по углероду, установленная по стандартному образцу кобальта, никеля, железа или стали с массовой долей углерода, близкой к анализируемому образцу, г/см^3».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,006 включ.	0,0015
Св. 0,006 » 0,012 »	0,003
» 0,012 » 0,024 »	0,004
» 0,024 » 0,06 »	0,008
» 0,06 » 0,2 »	0,015

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.3—80 Кобальт. Метод определения углерода

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический и кулонометрический методы определения углерода».

Стандарт дополнить абзацами (после разд. 1):

«Потенциометрический метод определения углерода

(от 0,002 до 0,2 %)

Метод основан на потенциометрическом титровании раствором гидроксида бария углекислого газа, выделившегося после сжигания навески кобальта в токе кислорода при температуре 1300—1350 °С в присутствии плавня»;

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

(Продолжение см. с. 30)

Стандарт дополнить разделами — 6—8:

«Кулонометрический метод определения углерода
(от 0,002 до 0,2 %)

Метод основан на автоматическом кулонометрическом титровании поглотительного раствора по величине pH после сжигания навески кобальта в токе кислорода при температуре 1300—1350 °С в присутствии плавня.

6. Аппаратура, реактивы и растворы

Анализаторы типа АН-7560 или АН-7529, в том числе в комплекте с автоматическими весами типа АВ-7301. Допускается применение приборов другого типа, обеспечивающих требуемую точность анализа.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147—80, предварительно прокаленные в токе кислорода при рабочей температуре в течение 2 мин.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стронций хлористый по ГОСТ 4140—74.

(Продолжение см. с. 31)

Натрий тетраборно-кислый по ГОСТ 4199—76.
Калий железисто-синеродистый по ГОСТ 4207—75.
Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.
Аскарит.
Марганца двуокись по ГОСТ 4470—79.
Плавень: медь по ГОСТ 859—78.
Допускается использование других плавней.

Массовая доля углерода в плавне не должна превышать значений допускаемых расхождений для данного интервала определяемых содержаний.

Эфир этиловый по ГОСТ 22300—76.

Поглотительный раствор для анализатора АН-7566: 50 г калия хлористого и 50 г стронция хлористого растворяют в 250 см³ воды и доливают до 1000 см³ водой.

Вспомогательный раствор: 50 г калия хлористого, 50 г калия железисто-синеродистого и 1 г натрия тетраборно-кислого растворяют в 250 см³ воды и доливают до 1000 см³ водой.

Поглотительный раствор для анализатора АН-7529: 100 г калия хлористого, 100 г стронция хлористого и 1 г борной кислоты растворяют в 500 см³ воды и затем доливают до 1000 см³ водой.

Вспомогательный раствор: 100 г калия хлористого, 100 г калия железисто-синеродистого и 1 г борной кислоты растворяют в 500 см³ воды и затем доливают до 1000 см³ водой.

7. Проведение анализа

Анализатор приводят в рабочее состояние, проверяют герметичность газового тракта и включают прибор в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В течение 15—20 мин происходит автоматическое приведение значений pH поглотительного раствора к значению 10,5.

Для градуировки анализатора АН-7560 используют стандартные образцы углеродистых сталей с массовой долей углерода от 0,002 до 0,1 %, а для градуировки анализатора АН-7529 — от 0,03 до 2,5 %. В процессе градуировки приборов учитывают показания, полученные в результате проведения контрольного опыта.

После градуировки приборов определяют углерод в стандартных образцах на никелевой основе. Для этой цели подбирают соответствующие температуру и плавень.

Навеску пробы массой 0,5000—1,0000 г в зависимости от массовой доли углерода (см. табл. 2), при необходимости промытую 2—3 раза эфиром и высушенную помещают в прокаленную фарфоровую лодочку и прибавляют 0,5 г плавня.

Лодочку с навеской анализируемого образца и плавнем помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, которую быстро закрывают металлическим затвором, нажимают на кнопку «сброс» и устанавливают показания индикаторного цифрового табло на «О». Сжигают навеску анализируемой пробы при температуре 1300—1350 °С.

Таблица 2

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
От 0,002 до 0,050 включ.	1,0000
Св. 0,05 » 0,2 »	0,5000

Анализ считают законченным, если цифровые показания табло не изменяются в течение 1 мин или изменяются на значение холостого счета прибора.

Для проведения контрольного опыта в прокаленную фарфоровую лодочку

(Продолжение см. с. 32)

помещают соответствующий плавень и сжигают при рабочей температуре в течение времени, затрачиваемого на сжигание навески анализируемого материала.

8. Обработка результатов

8.1. Массовую долю углерода *(X)* в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1(a-a_1)}{m},$$

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

a — показание цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески анализируемого материала, %;

a_1 — среднее арифметическое значение показаний цифрового табло прибора, полученных в результате сжигания плавня при проведении контрольного опыта, %;

m — масса анализируемой пробы, г.

При использовании анализатора в комплекте с автоматическими весами формула имеет вид

$$X = a - a_1.$$

8.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода *(d)*, и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода *(D)*, не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	*D*
От 0,002 до 0,006 включ.	0,002	0,002
Св. 0,006 » 0,012 »	0,003	0,004
» 0,012 » 0,024 »	0,0040	0,0045
» 0,024 » 0,060 »	0,008	0,008
» 0,060 » 0,200 »	0,015	0,015

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru