ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80; ГОСТ 16412.9—80

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий

ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

УДК 669.11—492 : 546.26.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 16412.7—80

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения углерода

Iron powder. Methods for the determination of carbon

Взамен
ГОСТ 16412.7—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07 1981 г.
до 01.07 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16412.0—80.

2. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании железного порошка в потоке кислорода при температуре 1200—1250°С с последующим поглощением образующегося углекислого газа раствором гидроокиси калия (натрия).

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

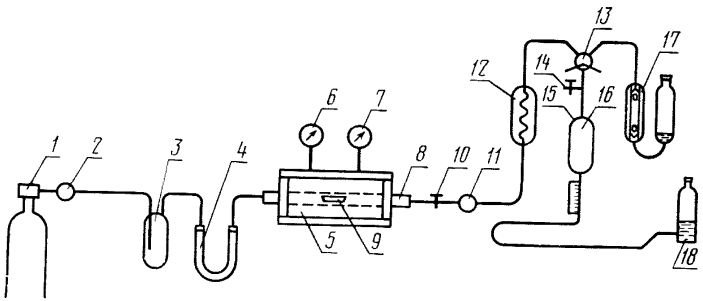
2.2. Определение углерода (свыше 0,05%) с применением эвдиометра со шкалой до 1,5% углерода

2.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Установка для определения углерода (черт. 1) состоит из баллона с кислородом *1*, снабженного редуктором *2* для пуска и регу-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Установка для определения углерода газообъемным методом



Черт. 1

лирования потока кислорода, склянки Тищенко *3*, содержащей 2%-ный раствор марганцовокислого калия в 20%-ном растворе гидроокиси калия; U-образной трубки *4*, содержащей в первой половине (по ходу кислорода) натронную известь, а во второй — хлористый кальций; печи трубчатой горизонтальной с силитовыми нагревателями *5*, обеспечивающими нагрев до температуры 1200—1250°С со средствами контроля и управления температурой 6, *7*; трубки фарфоровой *8* неглазурованной, газонепроницаемой длиной 750 мм, внутренним диаметром 18—20 мм. Концы трубки должны выступать из печи не менее, чем на 200 мм с каждой стороны; лодочки фарфоровой *9* неглазурованной; стеклянного крана *10*, при помощи которого регулируют скорость потока кислорода; стеклянной трубки с расширителем *11*, заполненной стеклянной или хлопчатобумажной ватой для удержания твердых окислов, уносимых из печи потоком кислорода; газоанализатора ГОУ-1 включающего: змеевиковый холодильник *12* для охлаждения поступающей из печи газовой смеси (CO_2+O_2); двухходового крана *13*, соединяющего эвдиометр с холодильником, поглотительным сосудом и атмосферой; одноходового крана *14*, соединяющего эвдиометр с атмосферой; эвдиометра *15*, 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 *16* 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 температуру и атмосферное давление по таблицам приложения 1 и 2 к ГОСТ 22536.1—77. Сосуд для поглощения углекислого газа *17*, наполненный 40%-ным раствором гидроокиси калия (натрия) 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 гидроокиси калия (натрия); уравнительная склянка *18* для переведения газовой смеси из эвдиометра в поглотительный сосуд, заполненный затворной жидкостью.

Для контроля работы установки сжигают 2—3 навески образца стали с известным содержанием углерода, близким к содержанию углерода в железном порошке.

Барометр.

Весы лабораторные 2-го класса.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 6675—73, прокаленные при рабочей температуре.

Газоанализатор ГОУ-1 по ГОСТ 10713—75.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583—78.

Известь натронная.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 4%-ный раствор в 40%-ном растворе гидроокиси калия.

Метиловый оранжевый (парадиметиламиноазобензол сульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный водный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калий гидроокись, 40%-ный раствор.

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

Крючок из легированной стали для загрузки и выгрузки лодочки из печи.

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

Поглотительный сосуд наполняют 40%-ным раствором гидроокиси калия (натрия), а в уравнительную склянку наливают 450 мл 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 *13* ставят в положение, разъединяющее бюретку, поглотительный сосуд и холодильник между собой. Открыв кран *14*, соединяющий эвдиометр с атмосферой, поднимают уравнительную склянку, при этом эвдиометр наполняется жидкостью. После заполнения эвдиометра жидкостью кран *14* закрывают, кран *13* ставят в положение, при котором эвдиометр соединяется с поглотительным сосудом.

Опустив 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 *13* и одноходовой кран *14* ставят в положение, при котором эвдиометр соединяется с атмосферой. Поднимая уравнительную склянку, наполняют эвдиометр жидкостью до верхнего предела. После заполнения эвдиометра жидкостью кран *14*, соединяющий ее 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 *13* ставят в положение, разъединяющее все части системы. Открывают кран *14*, 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 *14*, поднимают уравнительную склянку на верхнюю подставку; при этом эвдиометр заполняется затворной жидкостью. Кран *14* 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 гидроокиси калия (натрия), а кран *14* должен быть закрыт.

Лодочку с навеской помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, конец которой немедленно закрывают резиновой пробкой. Через 10—20 с (время, необходимое для того, чтобы лодочка и навеска приняли температуру печи) пропускают поток кислорода со скоростью $0{,}33 \cdot 10^{-5}$ м³/с (200 мл/мин). С помощью крана *13* на некоторое время разъединяют холодильник *12* и эвдиометр *15,* чтобы начало сжигания проходило под некоторым давлением кислорода, затем кран *13* 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 газов 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 *13.* 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 *13,* газовую смесь (CO_2+O_2) из эвдиометра переводят в поглотитель *17.* Из поглотителя *17* остаток газа снова перекачивают в бюретку *15*; эту операцию повторяют. Затем устанавливают кран *13* 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—77 находят поправку на температуру и давление, при которых 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, указанных в таблице (см. п. 2.3.4.2).

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 со следующими дополнениями.

Электропечь двухтрубчатая.

Фарфоровые трубки неглазурованные, длиной 750 мм, внутренним диаметром 18—20 мм. 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 5%-ным раствором гидрата окиси бария 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 гидрат окиси по ГОСТ 4107—78, 5%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

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. 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, указанных в таблице.

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,004
Св. 0,02 „ 0,05	0,007
„ 0,05 „ 0,10	0,010
„ 0,10 „ 0,20	0,015
„ 0,20 „ 0,40	0,020

3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании железного порошка в потоке кислорода при температуре 1200—1250°С. Образующийся углекислый газ поглощается раствором и вызывает повышение кислотности и изменение э.д.с. 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.

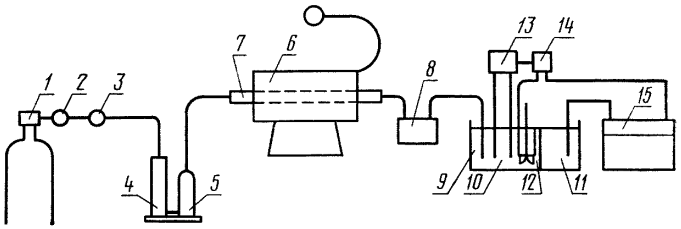
3.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Анализаторы типа АН-160 и АН-7560 для определения углерода от 0,002 до 0,2% и АН-29, АН-7529 для определения углерода от 0,03 до 2,5% или другие аналогичные приборы, обеспечивающие такую же погрешность результатов анализа.

Установка для определения углерода (черт. 2) состоит из баллона с кислородом *1*; редуктора *2*, понижающего давление до 0,4 МПа (4 кгс/см²); редуктора *3*, понижающего давление кислорода до 0,03 МПа (0,3 кгс/см²); ротаметра *4* с автоматическим регулированием подачи кислорода со скоростью от $0{,}33 \cdot 10^{-5}$ до $3{,}3 \cdot 10^{-5}$ м³/с (0,2 до 2 л/мин); колонки, заполненной аскаритом *5* для очистки кислорода от углекислого газа; горизонтальной трубчатой печи *6* с силитовыми нагревателями, обеспечивающей нагрев до температуры 1200—1250°С; фарфоровой трубки *7*, предназначенной для сжигания навески железного порошка; фильтра-поглотителя *8*, заполненного ватой и двуокисью марганца для очистки продуктов сгорания от двуокиси серы и твердых частиц, датчика экспресс-анализатора *9*; катодного отсека датчика *10*, заполнен-

ного вспомогательным раствором; целлофановой перегородки *12* между катодным и анодным отсеками датчика; электродной пары pH-метра *13*; авторегулирующего устройства кулонометрического титрования *14*; цифрового табло генераторного тока *15*, фиксирующего процентное содержание углерода для навески массой 0,5 г.

Установка для определения углерода кулонометрическим методом



Черт. 2

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 6675—73.

Лодочки прокаливают в потоке кислорода при температуре 1200—1250°С и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не следует покрывать смазывающим веществом.

Весы лабораторные 2-го класса.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583—78.

Аскарит.

Марганца двуокись по ГОСТ 4470—70.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стронций хлористый по ГОСТ 4140—74.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—76.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—75.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Поглотительный раствор для анализатора АН-160 и АН-7560: 50 г хлористого калия и 50 г хлористого стронция растворяют в 0,5 л воды, доливают водой до 1 л и перемешивают.

Вспомогательный раствор: 50 г хлористого калия, 50 г железистосинеродистого калия и 1 г тетраборнокислого натрия растворяют в 0,5 л воды, доливают водой до 1 л и перемешивают.

Поглотительный раствор для анализатора АН-29 и АН-7529: 100 г хлористого калия, 100 г хлористого стронция, 1 г борной кислоты растворяют в 0,5 л воды, доливают водой до 1 л и перемешивают.

Вспомогательный раствор: 100 г хлористого калия, 100 г железистосинеродистого калия, 1 г борной кислоты растворяют в 0,5 л воды, доливают водой до 1 л и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией. Для контроля правильности работы установки перед началом работы и через каждые 2—3 ч во время работы сжигают 2—3 навески стандартного образца стали с известным содержанием углерода, близким к определяемому.

Навеску железного порошка массой 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 1200—1250°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.

В условиях анализа определяют содержание углерода в контрольной пробе.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot 0{,}5}{m},$$

где A — показание цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески железного порошка, %;

A_1 — показание цифрового табло анализатора, полученное при проведении контрольного опыта, %;

0,5 — коэффициент, учитывающий массу навески, г;

m — масса навески железного порошка, г:

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в п. 2.3.4.2.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа. . . 3

ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . 8

ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . 16

ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . 22

ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . 28

ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . 35

ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . 39

ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца 48

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 п. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021

gost.e-ecolog.ru