Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ КАРБИДКРЕМНИЕВЫЕ

Методы определения свободного углерода

ГОСТ 26564.2—85

Silicon carbide refractory materials and products.
Methods for determination of free carbon

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 июня 1985 г. № 1836 дата введения установлена

01.07.86

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения свободного углерода (при массовой доле от 0,3 до 10 %) и метод определения свободного углерода кулонометрическим титрованием (при массовой доле от 0,3 до 3 %) в огнеупорных карбидкремниевых материалах и изделиях.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4554—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26564.0—85.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на окислении углерода в токе кислорода при температуре (1000 ± 20) °С, поглощении образующейся двуокиси углерода натронной известью или зернистой гидроокисью натрия, гравиметрическом определении ее количества и последующем вычислении относительной массовой доли свободного углерода.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Установка для определения свободного углерода. Схема установки приведена на чертеже.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Известь натронная с размером зерен 2—3 мм или зернистая гидроокись натрия.

Силикагель по ГОСТ 3956—76 с размером зерен 2—3 мм.

2.3. Проведение анализа

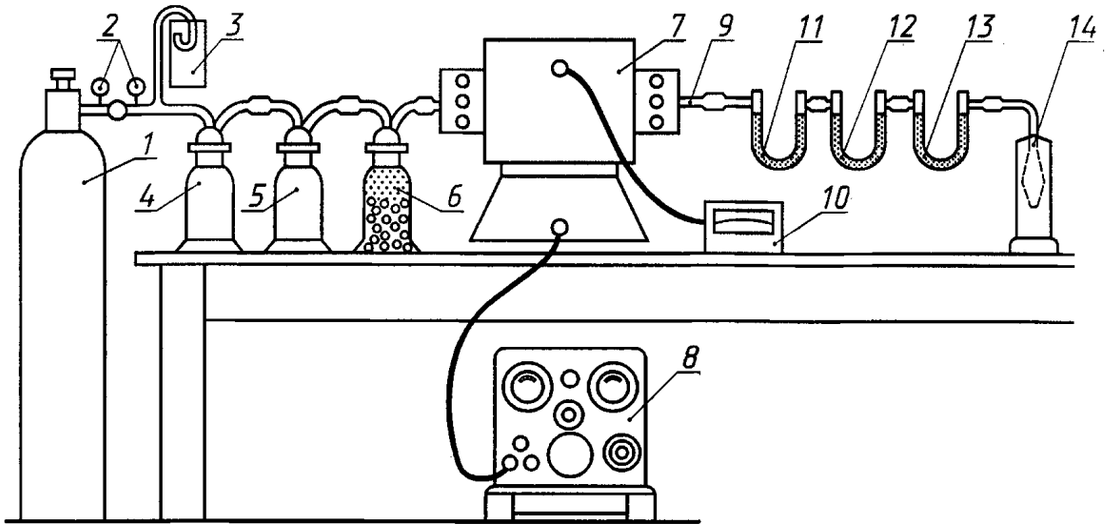
Навеску пробы массой 1,0 г помещают в предварительно прокаленную фарфоровую лодочку для сжигания.

Печь нагревают до температуры (1000 ± 20) °С и, подключив систему в соответствии с чертежом, через печь в течение часа пропускают кислород. После отключения нагрева и охлаждения печи до 300 °С U-образные трубки *12* и *13* отсоединяют, помещают в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91).

gost.e-ecolog.ru



1 — баллон с кислородом; *2* — клапаны для снижения давления; *3* — манометр; *4* — склянка со стеклянной ватой; *5* — склянка с кольцами Рамига и серной кислотой; *6* — склянка, на $^2/_3$ заполненная натронной известью и на $^1/_3$ силикагелем, и прокладками из стеклянной ваты; *7* — трубчатая печь с электрическим нагревом; *8* — регулировочный трансформатор; *9* — газонепроницаемая керамическая трубка длиной не менее 800 мм и внутренним диаметром не менее 18 мм; *10* — прибор для измерения температуры; *11* — U-образная трубка, заполненная силикагелем; *12* — U-образная трубка, на $^2/_3$ заполненная силикагелем и на $^1/_3$ натронной известью, с прокладками из стеклянной ваты; *13* — U-образная трубка, на $^2/_3$ заполненная натронной известью и на $^1/_3$ силикагелем, с прокладками из стеклянной ваты; *14* — счетчик пузырьков

Далее трубки вновь присоединяют к системе, лодочку с пробой помещают в рабочую зону и через систему пропускают кислород со скоростью, позволяющей отсчитывать количество пузырьков с помощью счетчика (около 100 см^3/мин), при этом поддерживают температуру (730 ± 20) °С в течение 1 ч 15 мин, затем U-образные трубки *12* и *13* снимают, охлаждают в эксикаторе и вновь взвешивают.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}2729}{m_2} \cdot 100,$$

где m — суммарная масса трубок *12* и *13* после поглощения CO_2, г;

m_1 — суммарная масса трубок *12* и *13* перед поглощением CO_2, г;

m_2 — масса навески, г;

0,2729 — коэффициент пересчета CO_2 на С.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли свободного углерода приведены в таблице.

%

Массовая доля свободного углерода	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение		
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,3 до 1,0 включ.	0,06	0,07	0,06	0,04
Св. 1,0 » 2,0 »	0,08	0,10	0,08	0,05
» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,12	0,10	0,06
» 5,0 » 10,0 »	0,3	0,4	0,3	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. МЕТОД КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

3.1. Метод основан на окислении углерода в токе кислорода при температуре (950 ± 50) °С и последующем определении образующейся двуокиси углерода методом кулонометрического титрования.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Экспресс-анализатор на углерод типа АН-7529 в комплекте со сжигающим устройством. Подготовка анализатора — в соответствии с технической инструкцией по эксплуатации прибора.

3.3. Проведение анализа

В предварительно прокаленную лодочку помещают анализируемую навеску массой 0,5 г. Устанавливают на индикаторе «навеска» значение массы данной анализируемой навески. Открывают затвор трубки печи и вдвигают лодочку с навеской в рабочую зону печи. Закрывают затвор, нажимают кнопку «Сброс» на измерительном блоке. Процесс горения навески сопровождается увеличением расхода кислорода и изменением показаний индикатора (% С). По мере выгорания углерода интенсивность изменения показаний индикатора (% С) уменьшается, а затем приобретает характер импульсов уменьшающейся длительности. Отсчет показаний по индикатору (% С) проводят после окончания горения навески, которое определяется моментом, когда указатели стрелочных индикаторов установятся в нулевое положение. Для определения этого момента фиксируют динамику процесса горения, записывая показания индикатора (% С) каждую минуту в течение 12—13 мин. Далее открывают затвор, извлекают крючком лодочку и закрывают затвор трубки.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю углерода (X) в процентах определяют графически. Для этого строят график, откладывая на оси абсцисс время в минутах, а на оси ординат массовую долю углерода в %. Полученные точки дают кривую, свидетельствующую о ходе сжигания. Для последних точек кривая переходит в прямую линию, которую продолжают до пересечения с осью ординат. Полученная точка на оси ординат соответствует массовой доле свободного углерода.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли свободного углерода приведены в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru