ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 24018.7—91, ГОСТ 24018.8—91

Издание официальное

БЗ 1—91/23

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО УПРАВЛЕНИЮ КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15.24-194-001.4:006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения углерода

Nickel-based fire-resistant alloys. Methods for the determination of carbon

ГОСТ 24018.7—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает кулонометрический метод и метод ИК-спектроскопии определения углерода (при массовой доле углерода от 0,001 до 0,1%) в жаропрочных сплавах на основе никеля.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Отбор проб — по ГОСТ 7565.

2. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1350—1380°С в присутствии плавня.

Образовавшаяся двуокись углерода поступает в ячейку, содержащую поглотительный раствор с заданным значением pH, что приводит к изменению кислотности раствора и ЭДС индикаторной системы pH-метра. Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения pH поглотительного раствора, пропорциональное массовой доле углерода в пробе, фиксируется кулонометром — интегратором тока, показывающим непосредственное содержание углерода в пробе в процентах.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Экспресс-анализатор любого типа, основанный на методе кулонометрического титрования, в том числе в комплексе с автоматическими весами (корректором массы) типа КМ-7426 или

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

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

АВ-7301, обеспечивающий точность анализа, установленную настоящим стандартом

Устройство сжигания типа УС-7077. Допускается применять другие устройства сжигания, обеспечивающие температуру до 1400°С.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147. Лодочки прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом. При определении низких содержаний углерода (менее 0,01%) лодочки прокаливают непосредственно перед проведением анализа.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые длиной 650—800 мм с внутренним диаметром 18—22 мм.

Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали диаметром 3—5 мм, длиной 500—600 мм.

Кислород технический по ГОСТ 5583 из кислородопровода или баллона с кислородом.

Аскарит по ТУ 6—09—4128

Калий хлористый по ГОСТ 4234

Стронций хлористый.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207.

Марганца (IV) окись по ГОСТ 4470.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Гидропирит.

Растворы поглотительный и вспомогательный в соответствии с типом применяемого анализатора.

Плавень:

Смесь олова металлического по ТУ 6—09—2705 и железа карбонильного ос. ч. 13—2 по ТУ 6—09—3000, взятых в соотношении 2 : 1.

Свинец металлический по ТУ 6—09—3523.

Окись меди в виде проволоки или порошка, прокаленная при температуре (800±20)°С в течение 3—4 ч.

Допускается применение других плавней.

Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 18300.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Прибор приводят в рабочее состояние согласно инструкции по эксплуатации анализатора.

Навеску сплава 0,25—0,5 г, при необходимости промытую эфиром или спиртом, помещают в фарфоровую лодочку и покрывают навеской плавня.

Лодочку с навеской пробы и плавнем при помощи крючка вводят в наиболее нагретую часть муллитокремнеземистой трубки

и закрывают затвор. Устанавливают показания цифрового табло анализатора на «0» и сжигают навеску в течение 4 мин.

В процессе сжигания пробы поглотительный раствор закисляется и стрелка pH-метра отклоняется вправо от исходного положения. Автоматически включается ток титрования, а на табло осуществляется непрерывный отсчет показаний.

Анализ считают законченным, когда стрелка pH-метра возвращается в исходное положение, а показания цифрового табло не изменяются в течение одной минуты или изменяются на величину холостого счета прибора. Открывают затвор и извлекают лодочку из муллитокремнеземистой трубки при помощи крючка.

2.3.2. Градуировку экспресс-анализатора осуществляют по стандартным образцам стали типа углеродистой. Результаты анализа применяют для корректировки настройки прибора.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

a — массовая доля углерода, полученная при сжигании навески анализируемой пробы, %;

a_1 — массовая доля углерода, полученная при анализе контрольного опыта, %;

m_1 — масса анализируемой навески, г.

Примечания

1. При использовании анализатора в комплекте с автоматическими весами формула приобретает вид $X = a - a_1$.

2. При полностью автоматизированном анализе на цифровом табло указывается непосредственно результат анализа.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли углерода приведены в таблице.

3. МЕТОД ИНФРАКРАСНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ (ИК-СПЕКТРОСКОПИИ)

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1700°С в присутствии плавня.

Массовую долю углерода в процентах определяют по количеству образовавшейся двуокиси углерода измерением количества поглощенных ею инфракрасных лучей.

3.2. Аппаратура, реактивы

Анализатор любого типа, основанный на принципе ИК-спектроскопии и обеспечивающий точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

Тигли огнеупорные керамические по ПТД, предварительно прокаленные в муфельной печи при температуре 1000—1100°С в течение 3—4 ч, хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом.

Плавень: смесь вольфрама металлического ШВЧ по ТУ 48-19-57 и олова металлического по ТУ 6—09—2705, взятых в соотношении 1 : 1.

Допускается применение других плавней.

Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 18300.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Прибор приводят в рабочее состояние согласно инструкции.

Навеску сплава массой 1,0 г, при необходимости промытую эфиром или спиртом, помещают в керамический тигель, покрывают навеской плавня в соотношении 1 : 2 и проводят анализ согласно инструкции по эксплуатации анализатора.

3.3.2. Градуировку анализатора проводят по стандартным образцам стали типа углеродистой. Результаты анализа используют для корректировки настройки анализатора.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю углерода в процентах определяют непосредственно по цифровому табло анализатора.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли углерода приведены в таблице.

Массовая доля углерода, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0007	0,0009	0,0008	0,0009	0,0004
Св. 0,002 » 0,005 »	0,0014	0,0018	0,0016	0,0018	0,0008
» 0,005 » 0,01 »	0,0022	0,0028	0,0023	0,0028	0,0014
» 0,01 » 0,02 »	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,05 » 0,1 »	0,007	0,009	0,007	0,009	0,005

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. П. Замараев, В. Т. Абабков, А. А. Сахарнов, З. И. Черкасова, Е. А. Толстова, Л. Н. Дмитрова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.05.91 № 754

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4199—76	2.2
ГОСТ 4207—75	2.2
ГОСТ 4231—77	2.2
ГОСТ 4470—79	2.2
ГОСТ 5583—78	2.2
ГОСТ 7565—81	1.2
ГОСТ 9147—80	2.2
ГОСТ 9656—75	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 22300—76	2.2, 3.2
ГОСТ 28473—90	1.1
ТУ 6—09—2705—78	2.2, 3.2
ТУ 6—09—3000—78	2.2
ТУ 6—09—3523—74	2.2
ТУ 6—09—4128—75	2.2
ТУ 48—19—57—78	3.2

gost.e-ecolog.ru