ГОСТ 11930.1—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.26.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Методы определения углерода

Hard-facing materials.
Methods of carbon determination

ГОСТ 11930.1—79

Взамен ГОСТ 11930—66 в части разд. 8

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает газообъемный (при массовой доле углерода от 0,1 до 30 %), потенциометрический (при массовой доле углерода от 0,010 до 7,00 %), кулонометрический (при массовой доле углерода от 0,01 до 7,00 %) методы определения углерода в наплавочных материалах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

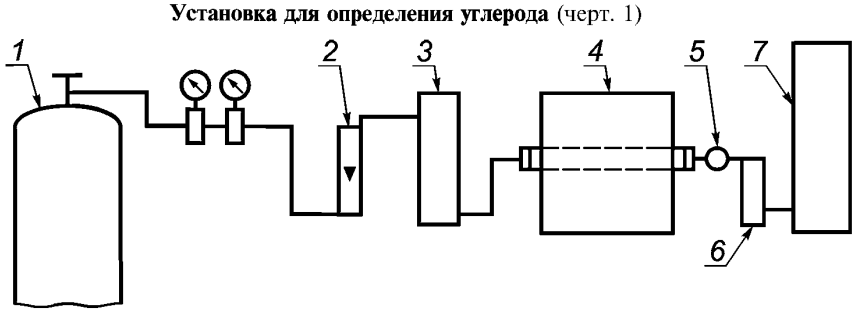
2.1 Сущность метода

Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода при 1250—1350 °С с последующим поглощением двуокиси углерода раствором гидроокиси калия.

Содержание углерода определяют по разности между первоначальным объемом смеси газов ($CO_2 + O_2$) и объемом газа, полученного после поглощения двуокиси углерода раствором гидроокиси калия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Установка для определения углерода (черт. 1)



Черт. 1

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка состоит из следующих элементов: баллона *1* с кислородом (ГОСТ 5583—78), снабженного редукционным вентилем; ротаметра *2* типа РС-3А; склянки с тубусом *3* вместимостью 250—400 см^3, заполненной аскаритом; печи сопротивления *4* с селитовыми нагревателями, обеспечивающей рабочую температуру 1400 ± 20 °С; пылевого фильтра *5*, представляющего собой стеклянную трубку с шаровидным утолщением, заполненным ватой; стеклянной трубки *6*, заполненной гранулированной двуокисью марганца; газообъемного анализатора *7* типа ГОУ-1 с эвдиометром на 4,5 %.

Калия гидроокись.

Метиловый оранжевый.

Лодочки фарфоровые ЛС № 2 по ГОСТ 9147—80.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые по нормативно-технической документации.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77.

Гранулированная двуокись марганца: 200 г сернокислого марганца растворяют в 2500 см^3 горячей воды, затем в раствор прибавляют 25 см^3 аммиака, добавляют 1000 см^3 22,5 %-ного раствора надсернокислого аммония и смесь кипятят в течение 10 мин. Во время кипения прибавляют аммиак до щелочной реакции, после чего раствор выдерживают до полного выделения осадка двуокиси марганца. Осадок отфильтровывают, промывают и сушат при 110 °С.

Аммиак по ГОСТ 3760—79.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 22,5 %-ный раствор.

Медь (II окись проволока) ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Стандартный образец.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Подготовка к анализу

Перед началом работы установку проверяют на герметичность.

Устанавливают расход кислорода не более 300 см^3/мин.

Для проверки правильности работы прибора необходимо провести сжигание нескольких навесок стандартного образца.

Допускается использовать стандартные образцы категории ОСО и СОП, в которых аттестованная массовая доля компонента не отличается от анализируемого более чем в два раза.

Лодочки прокаливают в токе кислорода при 1300—1350 °С в течение 3 мин.

Анализируемые образцы очищают от загрязнений, промывая их спиртом из расчета 10 см^3 на один образец и сушат.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4. Проведение анализа

Навеску анализируемого материала помещают в прокаленную лодочку и тщательно перемешивают с плавнем — окисью меди. Плавень берут в соотношении 1:3.

Лодочку загружают в трубку для сжигания со стороны поступления кислорода. Температура печи 1300—1350 °С.

Величина навески при различных содержаниях углерода указана в табл. 2.

Таблица 2*

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
От 0,1 до 2	0,500
Св. 2 » 7	0,250
» 7 » 30	0,100

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(A - A_0) \cdot KK_1}{m},$$

где A — показания шкалы эвдиометра, соответствующие массовой доле углерода, %;

A_0 — показания шкалы эвдиометра, соответствующие контрольному опыту, %;

* Таблица 1. **(Исключена, Изм. № 2).**

K — поправочный коэффициент на температуру и атмосферное давление, найденный по таблице, прилагаемой к прибору;

K_1 — коэффициент выгорания стандартного образца, представляющий собой отношение процентного содержания углерода по свидетельству на стандартный образец к процентному содержанию, полученному по эвдиометру;

m — масса навески образца, г.

2.5.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля углерода, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,50 включ.	0,05
Св. 0,50 » 3,50 »	0,10
» 3,50 » 7,00 »	0,25
» 7,00 » 30,00 »	0,45

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода при 1300—1350 °С с последующим поглощением образующейся двуокиси углерода раствором электролита.

Титрованием электролита раствором гидрата окиси бария pH доводится до первоначального значения pH 10.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка состоит из следующих элементов (черт. 2): баллона *1* с редукционным вентилем с кислородом (ГОСТ 5583—78); ротаметра *2* типа РС-3А; двухтрубчатой печи *5* с селитовыми нагревателями, обеспечивающая температуру до 1400 ± 20 °С; склянки *3* с аскаритом; загрузочного затвора *4*; пылевого фильтра *6*; капиллярного дросселя *7*; склянки *8*, наполненной гранулированной двуокисью марганца; электролитической ячейки *9*, в которую помещена мешалка *10* с электромотором *13*; электродной системы *11*; капельницы *12* для ввода в ячейку титранта; бюретки *14*, вместимостью 10—25 $см^3$; магнитного клапана *15*; нормального элемента *17*; pH-метра *16* типа pH-340 или pH-121 и блока автоматического титрования *18*.

Примечание. Вместо бюретки *14*, магнитного клапана *15* можно использовать автоматическую бюретку — дозатор Б-701. Электролитическую ячейку *9* вместимостью 200 $см^3$ можно заменить сосудом с пористым фильтром № 2 или 3 вместимостью 100 $см^3$.

Известь натронная.

Лодочки фарфоровые ЛС № 2 по ГОСТ 9147—80.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, насыщенный раствор.

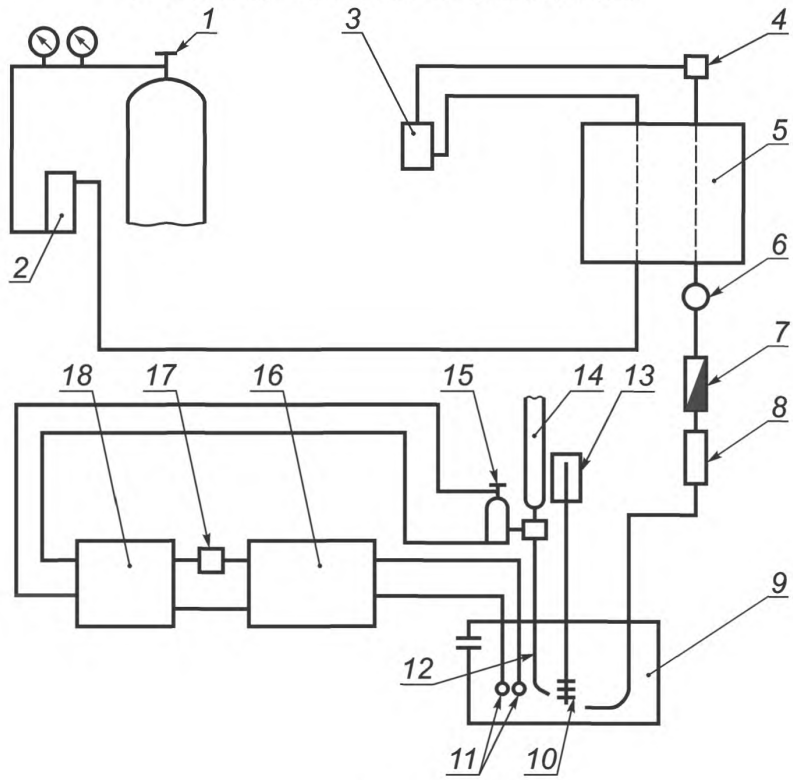
Медь (II окись проволока) ч. д. а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор электролита готовят следующим образом: 10 г хлористого бария растворяют в 1000 $см^3$ дистиллированной воды и к полученному раствору приливают 10 $см^3$ этилового спирта.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107—78, насыщенный раствор; готовят следующим образом: гидрат окиси бария растворяют в дистиллированной воде (предварительно прокипяченной в течение 2 ч и охлажденной до комнатной температуры). Полученный раствор разбавляют в 10 раз.

Раствор хранят в бутылях, снабженных трубками с натронной известью. Массовую концентрацию раствора гидрата окиси бария устанавливают по стандартному образцу.

Установка для определения содержания углерода



Черт. 2

Трубки фарфоровые внутренним диаметром 20—21 мм.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

3.3. Подготовка к анализу

Настраивают pH-метр и БАТ. Электродную систему настраивают по буферному раствору pH 9,18—9,22 (фиксанал 0,01 моль/дм^3 раствора тетраборнокислого калия). К выходу pH-метра *0—2* подключается блок автоматического титрования через последовательно включенный нормальный элемент.

Лодочки прокаливают в токе кислорода при 1300—1350 °С в течение 3 мин.

Электролитическую ячейку заполняют электролитом в количестве 300—400 см^3 и соединяют ее с выходом кислорода из фарфоровой трубки, в которой сжигают пробу.

Устанавливают расход кислорода 700 см^3/мин. Включают БАТ на титрование и доводят pH до 10.

Сжигают стандартный образец.

3.1—3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Проведение анализа

В зависимости от содержания углерода в образцах берут различные навески (табл. 4).

Таблица 4

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,5	1,000
Св. 0,5 » 2,0	0,250
» 2 » 7	0,05

Навеску помещают в прокаленную лодочку и тщательно перемешивают с плавнем — окисью меди в отношении 1:3.

Лодочку с образцами и плавнем помещают в рабочую трубку, закрывают затвор и включают блок автоматического титрования на титрование «Вверх». После того, как загорится лампочка, «конец

титрования» по бюретке отсчитывают количество раствора гидрата окиси бария, израсходованное на титрование.

После проведения анализов 50—70 проб раствор электролита следует заменить новым.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю углерода (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_0)T \cdot 100}{m},$$

где V — объем титрованного раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

V_0 — объем титрованного раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

T — массовая концентрация раствора гидрата окиси бария, выраженная в г/см^3 углерода;

m — масса навески образца, г.

3.5.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля углерода, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,50 включ.	0,03
Св. 0,50 » 3,50 »	0,10
» 3,50 » 7,00 »	0,25

3.5.1, 3.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

4.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода при 1250—1400 °С с последующим поглощением образующейся двуокиси углерода раствором электролита.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кулонометрический анализатор АН-29, АН 7529, АН 7560 или любого типа.

Печь сопротивления, обеспечивающая температуру 1400 ± 20 °С.

Баллон с редукционным вентилем с кислородом по ГОСТ 5583—78.

Лодочки фарфоровые ЛС № 2 по ГОСТ 9147—80.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Медь (II окись проволока) ч. д. а.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые по нормативно-технической документации.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Подготовка к анализу

Включают анализатор в сеть и настраивают.

Лодочки прокаливают в токе кислорода при 1300—1350 °С в течение 3 мин.

Калибруют анализатор по стандартным образцам.

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.4. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли углерода в образцах берут различные навески в соответствии с табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
От 0,1 до 2	0,500
Св. 2 » 7	0,100

Навеску образца помещают в прокаленную лодочку и тщательно перемешивают с плавнем — окисью меди в соотношении 1:3.

Лодочку с образцом помещают в трубку для сжигания, закрывают затвор и включают прибор на титрование.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю углерода в процентах вычисляют как разность между показаниями табло для данной навески и контрольного опыта.

4.5.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 7.

Таблица 7

Массовая доля углерода, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,50 включ.	0,03
Св. 0,50 » 3,50 »	0,10
» 3,50 » 7,00 »	0,25

4.5.1, 4.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru