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

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 : 546.21.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 16412.6—80

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Метод определения кислорода

Iron powder. Method for the determination of oxygen

Взамен
ГОСТ 16412.6—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 водородный метод определения кислорода (при массовой доле кислорода от 0,2 до 2,0%) в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на восстановлении окислов, содержащихся в железном порошке, водородом при высокой температуре.

Количество кислорода определяют по разности между массой навески до и после восстановления ее водородом.

Метод применим для железного порошка, содержащего не более 0,5% кремния.

3. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Установка для определения кислорода состоит из баллона с водородом *1*, снабженного редуктором для пуска и регулирования потока водорода; баллона с азотом 2, снабженного редуктором; печи трубчатой горизонтальной *3* с зоной нагрева не менее 150 мм, обеспечивающей нагрев до температуры 450±10°С, со средствами контроля и управления температурой; трубки кварцевой *4* длиной 400 мм и внутренним диаметром 18—20 мм, наполненной медной

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

стружкой, предназначенной для очистки водорода и азота от кислорода. Для поглощения кислорода вместо печи с трубкой и медной стружкой применяют склянку, наполненную щелочным раствором пирогаллола. Склянок Тищенко, заполненных аскаритом *5*, фосфорным ангидридом, смешанным с прокаленным асбестом *6*; склянки Дрекселя *7* с концентрированной серной кислотой; крана стеклянного *8*, сеединяющего систему очистки с печью, предназначенного для регулирования потока газа; горизонтальной трубчатой печи с силитовыми нагревателями *9*, обеспечивающими нагрев до температуры 1000—1050°С со средствами контроля и управления температурой; кварцевой трубки *10* внутренним диаметром 22 мм и длиной не менее 750 мм. Концы трубки должны выступать не менее, чем на 200 мм с каждой стороны печи; резиновой пробки с кварцевой трубкой *11*.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 6675—73, кварцевые, корундовые, из окиси циркония, никелевые длиной не менее 50 мм и таких размеров, чтобы толщина слоя равномерно распределенного в них порошка не превышала 3 мм. Лодочки прокаливают в потоке водорода при рабочей температуре и хранят в эксикаторе.

Эксикатор по ГОСТ 6371—73.

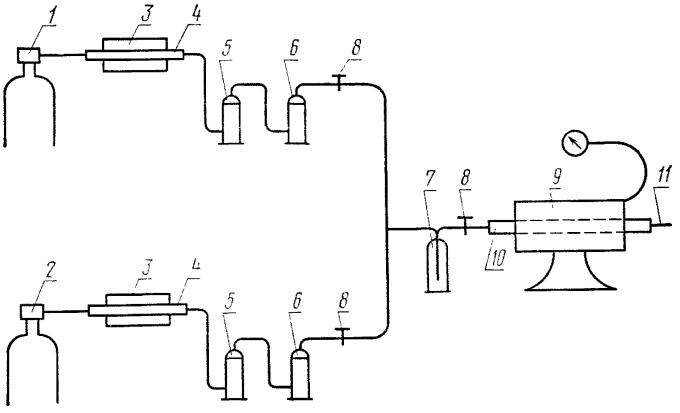
Пирогаллол А по ГОСТ 6408—75, 20%-ный раствор в 20%-ном растворе гидроокиси калия.

Азот по ГОСТ 9293—74.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022—70.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Установка для определения кислорода



Аскарит.

Фосфорный ангидрид.

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

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Перед началом работы установку приводят в рабочее состояние. Газ, используемый для продувки, удаляют через вытяжную вентиляцию.

Установку проверяют на герметичность. Для этого из трубки вынимают резиновую пробку с кварцевой трубкой *11* и заменяют ее резиновой пробкой. Включают поток водорода и открывают кран, соединяющий печь с водородом (доступ азота должен быть перекрыт). Если в склянке Дрекселя в течение 2 мин не выделяются пузырьки газа, установку считают герметичной. Затем перекрывают доступ водорода, открывают поток азота и проверяют герметичность азотной линии.

Включают печи *3*, предназначенные для очистки водорода и азота от кислорода. На протяжении всего процесса работы на установке в них поддерживают температуру 450±10°С.

Кварцевую трубку *10* выдвигают из печи *9* таким образом, чтобы один конец ее на две трети выступал из печи в сторону подачи газа.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Печь *9* с помещенной в ней кварцевой трубкой нагревают до температуры 1000±10°С. В прокаленную и взвешенную лодочку помещают навеску железного порошка массой 5 г (при массовой доле кислорода от 0,2 до 0,5%), 2 г (при массовой доле кислорода св. 0,5 до 1,0%), 1 г (при массовой доле кислорода св. 1,0 до 2,0%).

Включают поток азота и пропускают его через систему со скоростью $0{,}33 \cdot 10^{-5}$ м³ (200 мл/мин) в течение 2 мин.

Лодочку с навеской помещают в наиболее нагретую часть кварцевой трубки, конец которой немедленно закрывают резиновой пробкой с кварцевой трубкой. Затем пропускают азот в течение 1 мин. Прекращают подачу азота и включают поток водорода со скоростью $0{,}33 \cdot 10^{-5}$ м³ (200 мл/мин). На выходе из печи зажигают факел. Температуру в печи повышают до 1000±10°С и пропускают водород в течение 1 ч. Трубку с лодочкой выдвигают по ходу потока водорода так, чтобы лодочка находилась на расстоянии 200 мм от горячей зоны печи. Лодочку с навеской охлаждают в потоке водорода в течение 30 мин. Затем прекращают подачу водорода и включают поток азота, который пропускают в течение

2 мин. Затем лодочку с навеской вынимают из трубки, помещают в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

5.2. Допускается определение кислорода без применения азота: лодочку помещают в холодную печь и пропускают через систему водород в течение 10 мин. Зажигают факел водорода, включают печь *9*, нагревают ее до температуры 1000±10°С и проводят восстановление железного порошка в течение 1 ч. Затем трубку с лодочкой выдвигают из горячей зоны, снижают температуру печи до 300—400°С, не прекращая подачу водорода. Лодочку с навеской вынимают, помещают в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю кислорода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса пустой прокаленной лодочки, г;
m_2 — масса лодочки с порошком перед опытом, г;
m_3 — масса лодочки с порошком после опыта, г.

6.2. Массовую долю кислорода (X_1) в процентах (при массовой доле углерода в железном порошке свыше 0,1%) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 100}{m_2 - m_1} - (C - C_1),$$

где m_1 — масса пустой прокаленной лодочки, г;
m_2 — масса лодочки с порошком перед опытом, г;
m_3 — масса лодочки с порошком после опыта, г;
C — массовая доля углерода в анализируемом порошке, %;
C_1 — массовая доля углерода в анализируемом порошке после восстановления его водородом, отнесенная к первоначальной навеске, %.

6.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кислорода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,2 до 0,5	0,02
Св. 0,5 „ 1,0	0,03
„ 1,0 „ 2,0	0,05

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