

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Метод определения общего углерода

Издание официальное

БЗ 1—2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 9; Украинским Государственным научно-исследовательским институтом огнеупоров (УкрНИИО)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 23 апреля 1997 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|--|---|
| Азербайджанская Республика Республика Армения Республика Беларусь Республика Казахстан Киргизская Республика Российская Федерация Республика Таджикистан Туркменистан Республика Узбекистан Украина | Азгосстандарт Армгосстандарт Госстандарт Беларуси Госстандарт Республики Казахстан Киргизстандарт Госстандарт России Таджикгосстандарт Главная государственная инспекция Туркменистана Узгосстандарт Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 15 декабря 1999 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.15—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1

2 Нормативные ссылки 1

3 Общие требования 1

4 Кулонометрический метод определения общего углерода (при массовой доле от 0,03 до 20 %) 1

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Метод определения общего углерода

Refractories and refractory raw materials.
Method for determination of general carbon

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, огнеупорные материалы, кроме карбидкремниевых, и устанавливает кулонометрический метод определения общего углерода от 0,03 до 20 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 546—88 (ИСО 431—81) Катоды медные. Технические условия

ГОСТ 2642.0—86 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 4140—74 Стронций хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия.

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа и безопасности труда — по ГОСТ 2642.0.

**4 Кулонометрический метод определения общего углерода
(при массовой доле от 0,03 до 20 %)****4.1 Сущность метода**

Метод основан на сжигании навески пробы в токе кислорода при температуре 1150—1200 °С, поглощении выделившегося углекислого газа поглотительным раствором с соответствующим начальным значением pH и дальнейшем измерении на установке кулонометрического титрования, необходимого для воспроизведения начального значения pH количества электричества, которое пропорционально массовой доле углерода в навеске пробы.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Экспресс-анализатор типа АН-29, АН-7529, АУС-7544 со всеми принадлежностями или любого другого типа, обеспечивающий необходимую точность результатов анализа.

Горизонтальная трубчатая печь любого типа, обеспечивающая необходимый нагрев до температуры 1200 °С.

Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые по НД.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, предварительно прокаленные в токе кислорода при температуре 1150—1200 °С до полного выгорания углерода. Прокаленные лодочки сохраняют в эксикаторе, шлиф крышки эксикатора не должен покрываться смазочным веществом.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207.

Медь металлическая по ГОСТ 546 (плавень).

Поглотительный и вспомогательный растворы готовят в соответствии с типом используемой кулонометрической установки.

4.3 Порядок подготовки к проведению анализа

Прибор готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации и проводят градуировку по стандартным образцам, а для высоких содержаний углерода — по синтетическим смесям или чистым реактивам, например по карбонату кальция марки ос. ч. Для удаления следов углерода из установки перед началом анализа пропускают кислород и прокаливают трубку. Пропускание кислорода и прокаливание трубки проводят до получения постоянного показания прибора. Стрелку индикатора «рН» устанавливают в нулевом положении.

4.4 Проведение анализа

Навеску материала массой 0,1—0,5 г (в зависимости от содержания углерода в пробе) помещают в фарфоровую лодочку и покрывают равномерным слоем фиксированного количества плавня, в качестве плавня используют металлическую медь (отношение масс навесок плавня и пробы составляет 1 : 1).

Для контроля правильности результатов анализа перед началом работы и через каждые 3—4 часа во время работы сжигают 2—3 навески стандартного образца с известной массовой долей углерода, близкой к анализируемой. Лодочку с навеской и плавнем помещают в рабочую часть печи и сжигают пробу в токе кислорода при температуре (1200 ± 50) °С.

Анализ считают законченным, если показания прибора не меняются в течение 1 мин или изменяются на величину холостого счета прибора.

Проводят контрольное измерение, для чего в прокаленную фарфоровую лодочку помещают соответствующий плавень и сжигают его при рабочей температуре в течение времени, затраченного на сжигание анализируемого материала.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю углерода определяют на числовом табло анализатора вычитанием результата контрольного опыта.

4.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли углерода приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

В процентах

| Массовая доля углерода | Нормы точности и нормативы контроля точности | | | |
|------------------------|--|-------|-------|----------|
| | Δ | d_k | d_2 | δ |
| От 0,03 до 0,05 включ. | 0,006 | 0,008 | 0,006 | 0,004 |
| Св. 0,05 » 0,10 » | 0,010 | 0,013 | 0,011 | 0,007 |
| » 0,10 » 0,20 » | 0,015 | 0,019 | 0,015 | 0,010 |
| » 0,20 » 0,50 » | 0,024 | 0,031 | 0,025 | 0,016 |
| » 0,50 » 1,0 » | 0,03 | 0,04 | 0,04 | 0,02 |
| » 1,0 » 2,0 » | 0,05 | 0,06 | 0,05 | 0,03 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,08 | 0,09 | 0,08 | 0,05 |
| » 5,0 » 10 » | 0,13 | 0,15 | 0,13 | 0,07 |
| » 10 » 20 » | 0,20 | 0,25 | 0,20 | 0,15 |

УДК 666.76 : 543.06 : 006.354

МКС 81.080

И29

ОКСТУ 1509

Ключевые слова: огнеупор, огнеупорное сырье, кулонометрический метод, массовая доля, общий углерод

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.05.2000. Подписано в печать 05.06.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-издл. 0,40.
Тираж 280 экз. С 5237. Зак. 515.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102