

Изменение № 2 ГОСТ 741.3—80 Кобальт. Метод определения углерода

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический и кулонометрический методы определения углерода».

Стандарт дополнить абзацами (после разд. 1):

«Потенциометрический метод определения углерода

(от 0,002 до 0,2 %)

Метод основан на потенциометрическом титровании раствором гидроксида бария углекислого газа, выделившегося после сжигания навески кобальта в токе кислорода при температуре 1300—1350 °С в присутствии плавня»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(Продолжение см. с. 30)

Стандарт дополнить разделами — 6—8:

**«Кулонометрический метод определения углерода
(от 0,002 до 0,2 %)**

Метод основан на автоматическом кулонометрическом титровании поглотительного раствора по величине рН после сжигания навески кобальта в токе кислорода при температуре 1300—1350 °С в присутствии плавня.

6. Аппаратура, реактивы и растворы

Анализаторы типа АН-7560 или АН-7529, в том числе в комплекте с автоматическими весами типа АВ-7301. Допускается применение приборов другого типа, обеспечивающих требуемую точность анализа.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147—80, предварительно прокаленные в токе кислорода при рабочей температуре в течение 2 мин.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Стронций хлористый по ГОСТ 4140—74.

(Продолжение см. с. 31)

Натрий тетраборно-кислый по ГОСТ 4199—76.

Калий железисто-синеродистый по ГОСТ 4207—75.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Аскарит.

Марганца двуокись по ГОСТ 4470—79.

Пламень: медь по ГОСТ 859—78.

Допускается использование других пламеней.

Массовая доля углерода в пламени не должна превышать значений допускаемых расхождений для данного интервала определяемых содержаний.

Эфир этиловый по ГОСТ 22300—76.

Поглотительный раствор для анализатора АН-7566: 50 г калия хлористого и 50 г стронция хлористого растворяют в 250 см³ воды и доливают до 1000 см³ водой.

Вспомогательный раствор: 50 г калия хлористого, 50 г калия железисто-синеродистого и 1 г натрия тетраборно-кислого растворяют в 250 см³ воды и доливают до 1000 см³ водой.

Поглотительный раствор для анализатора АН-7529: 100 г калия хлористого, 100 г стронция хлористого и 1 г борной кислоты растворяют в 500 см³ воды и затем доливают до 1000 см³ водой.

Вспомогательный раствор: 100 г калия хлористого, 100 г калия железисто-синеродистого и 1 г борной кислоты растворяют в 500 см³ воды и затем доливают до 1000 см³ водой.

7. Проведение анализа

Анализатор приводят в рабочее состояние, проверяют герметичность газового тракта и включают прибор в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В течение 15—20 мин происходит автоматическое приведение значений рН поглотительного раствора к значению 10,5.

Для градуировки анализатора АН-7560 используют стандартные образцы углеродистых сталей с массовой долей углерода от 0,002 до 0,1 %, а для градуировки анализатора АН-7529 — от 0,03 до 2,5 %. В процессе градуировки приборов учитывают показания, полученные в результате проведения контрольного опыта.

После градуировки приборов определяют углерод в стандартных образцах, на никелевой основе. Для этой цели подбирают соответствующие температуру и пламень.

Навеску пробы массой 0,5000—1,0000 г в зависимости от массовой доли углерода (см. табл. 2), при необходимости промытую 2—3 раза эфиром и высушенную помещают в прокаленную фарфоровую лодочку и прибавляют 0,5 г плавня.

Лодочку с навеской анализируемого образца и плавнем помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, которую быстро закрывают металлическим затвором, нажимают на кнопку «сброс» и устанавливают показания индикаторного цифрового табло на «0». Сжигают навеску анализируемой пробы при температуре 1300—1350 °С.

Таблица 2

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
От 0,002 до 0,050 включ.	1,0000
Св. 0,05 » 0,2 »	0,5000

Анализ считают законченным, если цифровые показания табло не изменяются в течение 1 мин или изменяются на значение холостого счета прибора.

Для проведения контрольного опыта в прокаленную фарфоровую лодочку

(Продолжение см. с. 32)

помещают соответствующий пламень и сжигают при рабочей температуре в течение времени, затрачиваемого на сжигание навески анализируемого материала.

8. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса навески, по которой отградуирован прибор, г;

a — показание цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески анализируемого материала, %;

a_1 — среднее арифметическое значение показаний цифрового табло прибора, полученных в результате сжигания плавня при проведении контрольного опыта, %;

m — масса анализируемой пробы, г.

При использовании анализатора в комплекте с автоматическими весами формула имеет вид

$$X = a - a_1.$$

8.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,002 до 0,006 включ.	0,002	0,002
Св. 0,006 » 0,012 »	0,003	0,004
» 0,0120 » 0,0240 »	0,0040	0,0045
» 0,024 » 0,060 »	0,008	0,008
» 0,060 » 0,200 »	0,015	0,015

(ИУС № 2 1992 г.)