

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения углерода

Издание официальное

Б3 5-99

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

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

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

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.13—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.13—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

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 углерода	1

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ**Метод определения углерода**

Melted welding fluxes.
Method of carbon determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает кулонометрический метод определения углерода при содержании от 0,01 до 0,1 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5583—78 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

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

ГОСТ 16539—79 Меди (II) оксид. Технические условия

ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Кулонометрический метод определения углерода**4.1 Сущность метода**

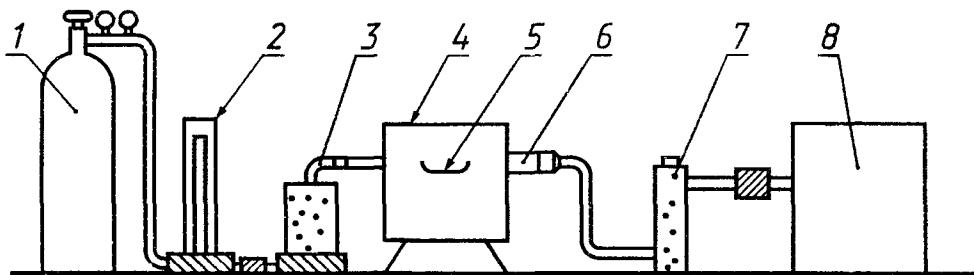
Метод основан на сжигании навески в токе кислорода в присутствии плавня при температуре 1300 °С, поглощении образовавшегося диоксида углерода поглотительным раствором с определенным начальным значением pH и последующем измерении необходимого для восстановления исходного значения pH количества электричества, пропорционального массовой доле углерода в навеске пробы.

При нагреве флюса до 1300 °С одновременно с углекислым газом улетучивается и фтористый кремний.

Для поглощения фтористого кремния устанавливается колонка, заполненная влажной анионитной смолой ЭДЭ-10П. Фтористый кремний на влажной смоле гидролизуется. Кремниевая кислота выделяется в виде белого налета на поверхности влажной смолы, а фтористоводородная кислота поглощается анионитной смолой.

4.2 Аппаратура, реагенты и растворы

Установка для определения углерода



1 — баллон с кислородом по ГОСТ 5583, с редукционным вентилем пуска и регулировки тока кислорода; 2 — редуктор-манометр тонкой регулировки тока кислорода; 3 — поглотитель, заполненный аскаритом; 4 — трубчатая печь, обеспечивающая нагрев до 1300 °С; 5 — лодочка фарфоровая № 2 по ГОСТ 9147, прокаленная при 1300 °С в токе кислорода; 6 — трубка фарфоровая внутренним диаметром 20—22 мм, длиной 650—750 мм; 7 — сосуд-поглотитель диаметром 25 мм и высотой 150 мм с отростками для подвода резиновых трубок, заполненных влажной анионитовой смолой ЭДЭ-10П. Такой поглотитель позволяет провести 15—20 определений углерода. Затем его следует заменить или перезарядить. В верхнюю и нижнюю части сосуда кладут кусочки бумаги конго. Посинение бумаги в верхней части поглотителя указывает на то, что фтористоводородная кислота проходит в ячейку и необходимо менять поглотитель; 8 — экспресс-анализатор углерода типа АН-7560 или других аналогичных типов

Рисунок 1 — Установка для определения углерода

Крючок, с помощью которого лодочки помещают в трубку и извлекают из нее, изготовленный из жаропрочной проволоки диаметром 3—5 мм и длиной 500—600 мм.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор массовой концентрации 1 %.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140.

Аскарит.

Меди (II) оксид по ГОСТ 16539, прокаленный при 800 °С в течение 4—5 ч.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Смола анионитная ЭДЭ-10П. Смолу предварительно заливают дистиллированной водой на сутки, а затем промывают водой несколько раз.

Поглотительный раствор: 50 г хлористого калия, 50 г хлористого стронция и 1 г натрия тетраборнокислого растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды.

Вспомогательный раствор: 50 г хлористого калия и 50 г железистосинеродистого калия растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды.

4.3 Проведение анализа

Навеску флюса массой 0,5 г помещают в фарфоровую лодочку, прибавляют 0,5 г оксида меди и перемешивают. Лодочку с навеской и плавнем помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, конец которой немедленно закрывают затвором. Сжигание ведут в течение 2 мин.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовая доля углерода $C, \%$, при навеске 0,5 г соответствует показанию цифрового табло прибора с учетом контрольного опыта

$$C = a - a_1, \quad (1)$$

где a — показания цифрового индикатора прибора, полученные в результате сжигания навески анализируемого материала, %;

a_1 — показания прибора, полученные в результате сжигания плавня.

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли углерода приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля углерода	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		d_k	d_2	d_3	
От 0,01 до 0,02 включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
Св. 0,02 » 0,05 »	0,006	0,008	0,006	0,008	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,011	0,014	0,012	0,014	0,07

ГОСТ 22974.13—96

УДК 621.791.048:006.354

МКС 77.040

В09

ОКСТУ 0809

Ключевые слова: флюсы сварочные плавленые, разложение флюса, определение углерода, нормы точности

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *О.Н.Власова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07.99. Подписано в печать 13.09.99. Усл.печл. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 230 экз. С 3580. Зак. 711.

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