

**ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ**

Методы определения углерода

Iron powder.  
Methods for the determination of carbon**ГОСТ****16412.7—91**

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает газообъемный (при массовой доле углерода от 0,01% и выше) и кулонометрический (при массовой доле углерода от 0,002% и выше) методы определения углерода в железном порошке.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

**2. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на сжигании навески железного порошка в токе кислорода при температуре 1250—1300°C с последующим поглощением образующегося углекислого газа раствором гидроксида калия (натрия).

Содержание углерода определяют по разности первоначального объема и объема газов, полученного после поглощения углекислого газа раствором гидроксида калия (натрия).

**2.2. Определение углерода (свыше 0,05%) с применением эвдиометра со шкалой до 1,5% углерода**

**2.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы**

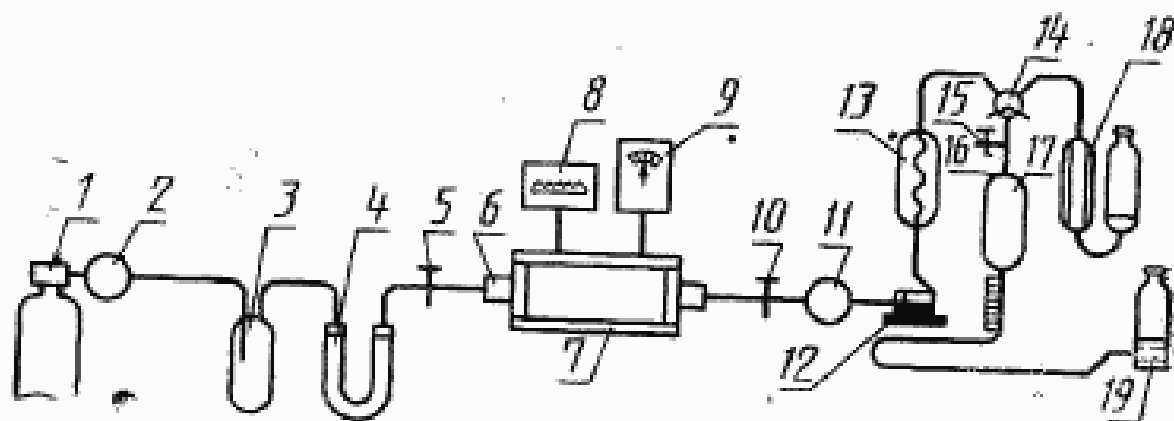
Установка для определения углерода, приведенная на чертеже, состоит из баллона с кислородом, снабженного редукционным вентилем и манометром для пуска и регулирования тока кислорода 2; поглотительной склянки 3, содержащей раствор марганцовокисло-

---

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

го калия с массовой долей 2% в растворе гидроксида калия с массовой долей 20%; U-образной трубки 4, содержащей в первой половине (по ходу кислорода) натронную известь, а во второй — хлористый кальций; крана для регулирования тока очищенного кислорода 5; огнеупорной муллито-кремнеземистой трубки 6 внутренним диаметром, определяемым диаметром применяемого затвора и размерами лодочки. Концы трубки, выступающие из печи, должны быть не короче 250 мм. Трубка перед употреблением должна быть прокалена по всей длине при температуре 1250—1300°C в токе кислорода; горизонтальной трубчатой печи 7 с карбидокремневыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1250—1300°C; терморегулятора 8, с помощью которого поддерживают постоянную температуру печи; регулятора напряжений 9 (допускается применять другие типы трубчатых печей, обеспечивающих необходимую температуру); двухходового крана 10; пылеуловителя 11; фильтропоглотителя 12, заполненного диоксидом марганца или гранулами гидроперита — для очистки продуктов сгорания от диоксида серы; газоанализатора ГОУ-1, включающего змеевиковый холодильник 13 для охлаждения поступающей из печи газовой смеси ( $\text{CO}_2 + \text{O}_2$ ); двухходового крана 14, соединяющего эвдиометр с холодильником, поглотительным сосудом и атмосферой; одноходового крана 15, соединяющего эвдиометр с атмосферой; эвдиометра 16, представляющего узкий цилиндрический сосуд с расширением в верхней части. Эвдиометр имеет двойные стенки, пространство между которыми заполняется водой для поддержания постоянной температуры. В верхней части эвдиометра укреплен термометр 17 для измерения температуры газа; узкая часть эвдиометра имеет шкалу для измерения объема газов, соответствующего процентному содержанию углерода в пробе. Деления шкалы соответствуют процентному содержанию углерода исследуемого образца. Эвдиометры градуированы для измерения объема газа при температуре 16 или 20°C и атмосферном давлении 0,101 МПа (760 мм рт. ст.). Для других условий вводят поправку на темпера-



метр с холодильником, поглотительным сосудом и атмосферой; одноходового крана 15, соединяющего эвдиометр с атмосферой; эвдиометра 16, представляющего узкий цилиндрический сосуд с расширением в верхней части. Эвдиометр имеет двойные стенки, пространство между которыми заполняется водой для поддержания постоянной температуры. В верхней части эвдиометра укреплен термометр 17 для измерения температуры газа; узкая часть эвдиометра имеет шкалу для измерения объема газов, соответствующего процентному содержанию углерода в пробе. Деления шкалы соответствуют процентному содержанию углерода исследуемого образца. Эвдиометры градуированы для измерения объема газа при температуре 16 или 20°C и атмосферном давлении 0,101 МПа (760 мм рт. ст.). Для других условий вводят поправку на темпера-

туру и атмосферное давление по таблицам приложения 1 и 2 к ГОСТ 22536.1. Сосуд для поглощения углекислого газа 18, наполненный раствором гидроксида калия (натрия) с массовой долей 40% и снабженный затворными клапанами-поплавками, которые закрывают поглотитель при его наполнении раствором щелочи, исключая возможность попадания раствора щелочи из поглотителя в эвдиометр. Поглотительный сосуд соединен с цилиндрическим сосудом, в который при наполнении поглотительного сосуда газовой смесью перекачивается раствор гидроксида калия (натрия); уравнивательная склянка 19 для перевода газовой смеси из эвдиометра в поглотительный сосуд, заполненный затворной жидкостью.

Барометр.

Муфельная печь типа СНОЛ по нормативно-технической документации или любого другого типа, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 900°C.

Крючок, с помощью которого лодочки вводят в трубку для сжигания и извлекают из нее, изготавливают из жароупорной низкоуглеродистой проволоки диаметром 3—5 мм и длиной 500—600 мм.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, прокаленные при температуре не ниже 900°C в течение 6 ч или при рабочей температуре в токе кислорода в течение 2—3 мин.

Лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не следует покрывать смазывающим веществом.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583.

Газоанализатор ГОУ-1.

Известь натронная.

Кальций хлористый.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 4% в растворе гидроксида калия с массовой долей 40%.

Метилловый оранжевый (парадиметиламиноазобензол сульфокислый натрий), водный раствор с массовой долей 0,1%.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 40%.

Затворная жидкость: раствор серной кислоты с массовой долей 2% или раствор хлористого натрия с массовой долей 25%, подкисленный 2—3 каплями серной кислоты. Оба раствора содержат по 2—3 капли раствора метилового оранжевого.

### 2.2.2. Подготовка к анализу

Перед началом работы установку приводят в рабочее состояние. Концы фарфоровой трубки закрывают резиновыми пробками со вставленными в них стеклянными трубками или затвором.

Фарфоровую трубку, все соединения и краны установки проверяют на герметичность. Для этого один конец фарфоровой трубки соединяют резиновым шлангом через поглотительные банки для очистки кислорода с баллоном, содержащим кислород, а второй конец с аппаратом ГОУ-1.

Поглотительный сосуд наполняют раствором гидроксида калия (натрия), а в уравнительную склянку наливают 450 см<sup>3</sup> затворной жидкости. После наполнения уравнительной склянки свежей жидкостью необходимо произвести несколько предварительных сжиганий навески стали для насыщения жидкости углекислым газом до получения стабильных результатов определения углерода в стандартном образце. Затем двухходовой кран 14 ставят в положение, разъединяющее бюретку, поглотительный сосуд и холодильник между собой. Сткрыв кран 15, соединяющий эвдиометр с атмосферой, поднимают уравнительную склянку, при этом эвдиометр наполняется жидкостью. После заполнения эвдиометра жидкостью кран 15 закрывают, кран 14 ставят в положение, при котором эвдиометр соединяется с поглотительным сосудом.

Спустив уравнительную склянку, дают жидкости стечь из эвдиометра. При этом уровень раствора щелочи в поглотительном сосуде повышается, поднимая поплавок.

Как только поплавок закроет выход из поглотительного сосуда кран 14 и одноходовой кран 15 ставят в положение, при котором эвдиометр соединяется с атмосферой. Поднимая уравнительную склянку, наполняют эвдиометр жидкостью до верхнего предела. После заполнения эвдиометра жидкостью кран 15, соединяющий ее с атмосферой, закрывают, а уравнительную склянку опускают. Если аппарат герметичен, то поглотительный сосуд остается заполненным щелочью, а уровень жидкости в эвдиометре остается без изменений. Если же жидкость в эвдиометре опускается, то аппарат негерметичен. Его следует разобрать, проверить краны, смазать их вазелином и снова проверить на герметичность.

Перед началом работы проверяют правильность установки нулевого деления шкалы. Для этого кран 14 ставят в положение, разъединяющее все части системы. Открывают кран 15, соединяющий эвдиометр с атмосферой, ставят уравнительную склянку на нижнюю подставку и дают затворной жидкости стечь. При этом уровни затворной жидкости в нижней части эвдиометра и в уравнительной склянке устанавливаются на одной высоте. Подвижную шкалу передвигают так, чтобы ее нулевое деление совпало с нижним уровнем затворной жидкости в эвдиометре. Не закрывая кран 15, поднимают уравнительную склянку на верхнюю подставку, при этом эвдиометр заполняется затворной жидкостью. Кран 15 закрывают.

### 2.2.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 1 г помещают в фарфоровую лодочку. Эвдиометр должен быть заполнен жидкостью; поглотительный сосуд должен быть заполнен раствором гидроксида калия (натрия), а кран 15 должен быть закрыт.

Лодочку с навеской помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, конец которой немедленно закрывают резиновой пробкой или затвором. Через 10—20 с (время, необходимое для того, чтобы лодочка и навеска приняли температуру печи) пропускают ток кислорода со скоростью  $0,33 \cdot 10^{-5} \text{ м}^3/\text{с}$  (200 см<sup>3</sup>/мин). С помощью крана 14 на некоторое время разъединяют холодильник 13 и эвдиометр 16, чтобы начало сжигания проходило под некоторым давлением кислорода, затем кран 14 ставят в положение, при котором газовая смесь поступает в эвдиометр. Уравнительную склянку ставят на подставку, находящуюся в верхней части газоанализатора. В таком положении уравнительную склянку оставляют до тех пор, пока смесь не вытеснит жидкость из верхней широкой части эвдиометра. Затем уравнительную склянку ставят на подставку в нижнее положение и оставляют до тех пор, пока уровень жидкости в эвдиометре не опустится почти до нулевого деления шкалы; тут же прекращают поступление кислорода, перекрывая кран 14. Одновременно прекращают подачу кислорода из баллона. После этого разъединяют пробку с фарфоровой трубкой и извлекают из трубки лодочку. Уровень жидкости в эвдиометре устанавливают на нулевом делении шкалы, при этом уровень в эвдиометре должен быть на одной линии с уровнем жидкости в уравнительной склянке. Затем, меняя положение крана 14, газовую смесь ( $\text{CO}_2 + \text{O}_2$ ) из эвдиометра переводят в поглотитель 18. Из поглотителя 18 остаток газа снова перекачивают в бюретку 16; эту операцию повторяют. Затем устанавливают кран 14 в положение полного разъединения эвдиометра с поглотителем и измеряют объем газа в эвдиометре. Для этого жидкость в уравнительной склянке и эвдиометре устанавливают на одном уровне и дают выдержку 20 с, чтобы стекла жидкость, остающаяся на стенках эвдиометра. Уравнивают мениски и по шкале эвдиометра определяют объем поглощенного углекислого газа, пропорциональный содержанию углерода в анализируемом материале. Отмечают температуру газа в бюретке и атмосферное давление по барометру. Затем освобождают бюретку от газа и подготавливают аппарат для последующего сжигания.

### 2.2.4. Обработка результатов

2.2.4.1. После окончания анализа по таблицам приложения I и 2 ГОСТ 22536.1 находят поправку на температуру и давление, при котором проводилось определение углерода:

Массовую долю углерода ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot m_1 \cdot K}{m}$$

где  $A$  — показания шкалы эвдиометра после поглощения углекислого газа, образующегося при сжигании навески железного порошка, %;

$A_1$  — показания шкалы эвдиометра после поглощения углекислого газа, образующегося при проведении контрольного опыта, %;

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

$K$  — поправочный коэффициент на температуру и давление;

$m$  — масса навески железного порошка, г.

2.2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001
Св. 0,005 > 0,01 >	0,002
> 0,01 > 0,02 >	0,004
> 0,02 > 0,05 >	0,007
> 0,05 > 0,10 >	0,010
> 0,10 > 0,20 >	0,015
> 0,20 > 0,40 >	0,020

2.3. Определение углерода (0,01—0,2%) с применением эвдиометра со шкалой до 0,25% углерода

### 2.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы, растворы и схема установки—по п. 2.2.1 с дополнениями.

Электродпечь двухтрубчатая.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые, длиной 750 мм, внутренним диаметром, определяемым диаметром применяемого затвора и размерами лодочки. Одна из них служит для очистки кислорода от примесей, содержащих углерод, другая — для сжигания навесок.

Для очистки газов, поступающих из первой трубки, служат две промывные склянки: с раствором гидроксида бария с массовой долей 5% для поглощения углекислого газа, содержащегося в

техническом кислороде, и с концентрированной серной кислотой — для поглощения влаги.

Эндометр со шкалой 0,25 % углерода.

Уравнительная склянка с боковой трубкой.

Бария гидроксид по ГОСТ 4107, раствор с массовой долей 5 %.

### 2.3.2. Подготовка аппаратуры

Перед началом работы установку приводят в рабочее состояние. Концы фарфоровых трубок закрывают резиновыми пробками со вставленными в них стеклянными трубками или затвором. Один конец фарфоровой трубки, предназначенной для очистки кислорода от примесей, содержащих углерод, соединяют резиновым шлангом через очистительные склянки с кислородным баллоном, другой конец через склянки для очистки газов соединяют с одним концом фарфоровой трубки, предназначенной для сжигания навесок. Второй конец трубки для сжигания с помощью резинового шланга соединяют с газоанализатором ГОУ-1. После этого установку проверяют на герметичность при рабочей температуре по п. 2.2.2.

### 2.3.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 1 г помещают в фарфоровую лодочку и проводят анализ по п. 2.2.3.

### 2.3.4. Обработка результатов

2.3.4.1. Обработку результатов производят, как указано в п. 2.2.4.

2.3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

## 3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески железного порошка в токе кислорода при температуре 1300—1350°С. Образующийся углекислый газ поглощается раствором и вызывает повышение кислотности и изменение ЭДС индикаторной системы рН-метра. Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения рН поглотительного раствора и пропорциональное концентрации углерода в образце, фиксируется кулонометром — интегратором тока, показывающим непосредственное количество углерода в процентах.

### 3.2. Аппаратура и реактивы

Кулонометрическая установка типа АН 7529, АН 7560 со всеми принадлежностями или любого другого типа, обеспечивающая необходимую точность результатов анализа.

Горизонтальная трубчатая печь любого типа, обеспечивающая нагрев до температуры 1350°C.

Кислород по ГОСТ 5583.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые с внутренним диаметром, определяемым диаметром применяемого затвора и размерами лодочки.

Муфельная печь типа СНОЛ по нормативно-технической документации или любого другого типа, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 900°C.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, прокаленные при температуре не ниже 900°C в течение 6 ч или при рабочей температуре в токе кислорода в течение 2—3 мин.

Лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не следует покрывать смазывающим веществом. При определении углерода менее 0,05 % лодочки должны быть свежeproкаленными.

Марганца диоксид по ГОСТ 4470.

Гидроперит по нормативно-технической документации.

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

### 3.3. Проведение анализа.

Прибор готовят к работе в соответствии с инструкцией.

Навеску железного порошка массой 0,5—1,0 г переносят в фарфоровую лодочку; лодочку помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки для сжигания, которую быстро закрывают затвором. Нажимают кнопку «сброс» и устанавливают показание индикаторного цифрового табло на «ноль». Сжигают железный порошок при температуре 1250—1300°C. После полного сгорания железного порошка, о чем судят по завершению процесса титрования, записывают результат анализа по показанию цифрового табло, открывают затвор и извлекают лодочку.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю углерода определяют по цифровому табло анализатора за вычетом результата контрольного опыта.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Академией наук УССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Клименко, канд. техн. наук; А. Е. Куцевский, канд. хим. наук; В. А. Дубок, канд. хим. наук (руководитель темы); В. И. Корнилова, канд. хим. наук; В. В. Гарбуз, канд. хим. наук; Л. Д. Бернацкая

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.05.91 № 692

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 16412.7—80

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 4107—78	2.3.1
ГОСТ 4204—77	2.2.1; 2.3.1
ГОСТ 4233—77	2.2.1; 2.3.1
ГОСТ 4470—79	3.2
ГОСТ 5583—78	2.2.1; 2.3.1; 3.2
ГОСТ 9147—80	2.2.1; 2.3.1; 3.2
ГОСТ 20490—75	2.2.1; 2.3.1
ГОСТ 22536.1—86	2.1
ГОСТ 28473—90	Разд. 1