

**ОГНЕУПОРЫ
И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ**

Метод определения общего углерода

Издание официальное

БЗ 1—2000

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	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
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 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 мулитокремнеземистые 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, шифр 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.И. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рабовой*

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.-изд.л. 0,40.
Тираж 280 экз. С/Д 5538. Зак. 571.

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.
Пар № 080102