

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ**Метод определения углерода**

Melted welding fluxes.

Method of carbon determination

**ГОСТ
22974.13—85**

Взамен

ГОСТ 22974.8—78

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4475 срок действия установлен

с 01.01.87

до 01.01.94 94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает кулонометрический метод определения углерода (при массовой доле углерода от 0,01 до 0,05 %).

Сущность метода состоит в том, что углекислый газ, полученный после сжигания навески, поглощается раствором с определенным начальным значением pH, вызывает закисление поглотительного раствора.

Количество электричества, необходимое для нейтрализации, однозначно связано с количеством поглощенного газа. Количество электричества фиксируется кулонометром.

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

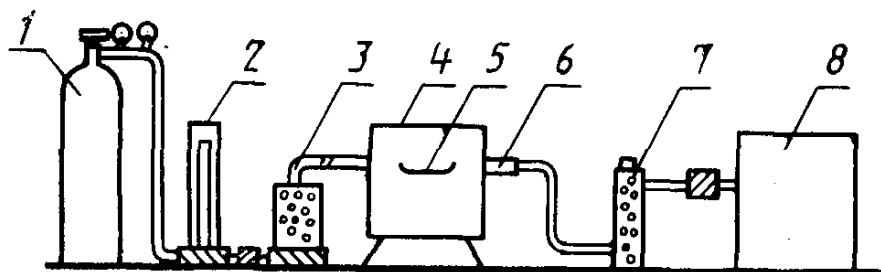
Для поглощения фтористого кремния устанавливается колонка, заполненная влажной анионитной смолой ЭДЭ-10П. Фтористый кремний на влажной смоле гидролизует. Кремниевая кислота выделяется в виде белого налета на поверхности влажной смолы, а фтористоводородная кислота поглощается анионитной смолой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22974.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения углерода (см. чертеж) состоит из: баллона с кислородом 1 по ГОСТ 5583—78, снабженного редукционным вентилем пуска и регулировки тока кислорода; редуктора-манометра 2, тонкой регулировки кислорода; поглотителя 3 заполненного аскаритом; печи трубчатой 4, обеспечивающей на-



грев до 1400 °С; лодочки фарфоровой № 2 по ГОСТ 9147—80, прокаленной при 1300 °С в токе кислорода 5; трубки фарфоровой с внутренним диаметром 20—22 мм, длиной 650—750 мм 6; сосуда-поглотителя 7, диаметром 25 мм и высотой 150 мм с отрезками для подвода резиновых трубок, заполненного влажной анионитной 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. Экспресс-анализатор углерода 8. Экспресс-анализатор типа АН-7560. Допускается применять аналогичные анализаторы других типов.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой концентрацией 1 %.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207—75.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140—74.

Аскарит.

Меди окись по ГОСТ 16539—79, прокаленная при 800 °С в течение 4—5 ч.

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

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

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску флюса массой 0,5 г помещают в фарфоровую лодочку, прибавляют 0,5 г окиси 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. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля углерода в процентах при навеске 0,5 г соответствует показанию цифрового табло прибора.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, при доверительной вероятности $P=0,95$, не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,010 до 0,020 включ.	0,004
Св. 0,020 » 0,050 »	0,009

Редактор *М. Д. Курочкина*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 13.01.86 Подп. к печ. 24.04.86 5,0 усл. п. л. 5,13 усл. кр.-отт. 4,78 уч.-изд. л.
Тир. 30000 Цена 25 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 148