



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНІЙ

**Методи визначення загального вуглецю
та графіту**

ДСТУ 7750:2015

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Державне підприємство «Український науково-технічний центр металургійної промисловості «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Н. Гриценко**, канд. хім. наук; **Г. Душенко**; **В. Мантула**; **О. Сніжко**; **С. Спіріна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Д. Сталінський**, д-р техн. наук

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.1–88)

ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні вимоги.....	2
4 Кулонометричний метод визначення вуглецю.....	2
5 Метод інфрачервоно-абсорбційної спектроскопії визначення вуглецю	4
6 Метод визначення графіту	5
7 Норми точності.....	6
8 Вимоги до кваліфікації оператора	7
9 Вимоги щодо безпеки	7
Додаток А Технічні особливості індукційних печей та інфрачервоних аналізаторів, виготовлених для визначення вуглецю.....	8

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ****Методи визначення загального вуглецю та графіту****СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ****Методы определения общего углерода и графита****CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON****Methods for determination of general carbon and graphite**Чинний від 2016-01-01**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт установлює кулонометричний метод і метод інфрачервоно-абсорбційної спектроскопії визначення масової частки загального вуглецю та графіту від 0,01 % до 5,0 % у сталі вуглецевій і чавуні нелегованому.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ДСТУ ГОСТ 546:2004 Катоди мідні. Технічні умови (ГОСТ 546–2001, IDT)

ДСТУ ГОСТ 859:2003 Мідь. Марки (ГОСТ 859–2001, IDT)

ДСТУ ГОСТ 5583:2009 (ІСО 2046–73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия (Кисень газоподібний технічний та медичний. Технічні умови) (ГОСТ 5583–78 (ІСО 2046–73), IDT)

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація і загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 194–80 Дифениламин технический. Технические условия (Дифеніламін технічний. Технічні умови)

ГОСТ 860–75 Олово. Технические условия (Олово. Технічні умови)

ГОСТ 2603–79 Реактивы. Ацетон. Технические условия (Реактиви. Ацетон. Технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляная. Технічні умови)

ГОСТ 3778–98 Свинец. Технические условия (Свинець. Технічні умови)

ГОСТ 4107–78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия (Реактиви. Барію гідроксид 8-водний. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 4470–79 Реактивы. Марганца (IV) окись. Технические условия (Реактиви. Марганцю (IV) оксид. Технічні умови)

ГОСТ 6552–80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия (Реактиви. Кислота ортофосфорна. Технічні умови)

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия (Посуд і обладнання лабораторні фарфорові. Технічні умови)

ГОСТ 10484–78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия (Реактиви. Кислота фтористоводнева. Технічні умови)

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия (Спирт етиловий ректифікований технічний. Технічні умови)

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия (Хлороформ. Технічні умови)

ГОСТ 22300–76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия (Реактиви. Ефіри етиловий і бутиловий оцтової кислоти. Технічні умови).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу наведено в ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки вуглецю та графіту наведено в розділі 7.

4 КУЛОНОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ВУГЛЕЦЮ

4.1 Суть методу

Метод ґрунтується на спалюванні наважки проби у струмені кисню в присутності плавня за температури від 1250 °С до 1350 °С, поглинанні утвореного діоксиду вуглецю поглинальним розчином з відповідним початковим рівнем рН і подальшому вимірюванні на установці для кулонометричного титрування необхідної для відновлення початкового рівня рН кількості електрики, що пропорційна масовій частці вуглецю в наважці проби.

4.2 Апаратура, реактиви та розчини

Кулонометрична установка (аналізатор) будь-якого типу з усім приладдям (кулонометр, поглинальна посудина, рН-метр, коригувач маси), що забезпечує точність результатів аналізу, передбачену цим стандартом (рисунок 1).

Піч трубчаста горизонтальна будь-якого типу, що забезпечує температуру нагріву 1350 °С. Допустимо застосовувати індукційні печі.

Електропіч типу СНОЛ — згідно з чинним нормативним документом або будь-якого іншого типу, що забезпечує температуру нагріву не нижче ніж 900 °С.

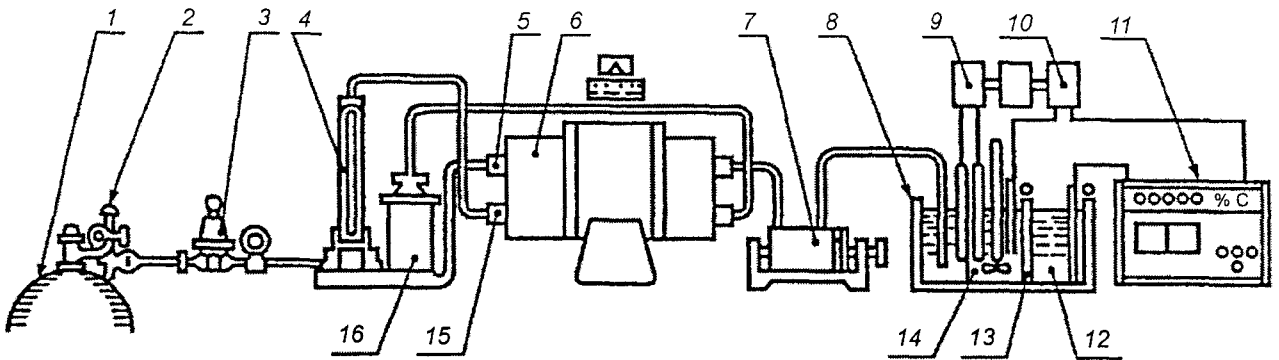
Ваги лабораторні або автоматичні (коригувач маси). У разі використання автоматичних ваг похибка вимірювання маси наважки не повинна перевищувати $\pm 0,001$ г.

Трубки фарфорові або вогнетривкі мулітокремнеземисті довжиною від 600 мм до 800 мм і внутрішнім діаметром від 20 мм до 22 мм — згідно з чинним нормативним документом.

Човники фарфорові — згідно з ГОСТ 9147.

Човники фарфорові перед застосуванням прожарюють за температури не нижче ніж 900 °С протягом доби або 3—4 год, якщо прожарюють у струмені кисню. Прожарені човники зберігають в ексикаторі, що містить гідроксид барію. Шліф кришки ексикатора не треба змащувати мастильними речовинами.

За потреби безпосередньо перед застосуванням човники прожарюють у струмені кисню за робочої температури від 3 хв до 5 хв. Прожарені човники зберігають в ексикаторі.



Умовні позначки:

- 1 — балон із киснем (допустимо використання кисню з киснепроводу);
- 2, 3 — редуктори, що знижують тиск кисню;
- 4 — ротаметр із пневматичним регулюванням подавання кисню (від 0,2 дм³/хв до 2,0 дм³/хв);
- 5 — трубка вогнетривка мулітокремнеземиста, призначена для спалювання наважки;
- 6 — піч трубчаста, що забезпечує температуру до 1350 °С;
- 7 — фільтр-поглинач, заповнений вапном для очищення продуктів спалювання від твердих частинок оксидів;
- 8 — датчик експрес-аналізатора;
- 9 — електродна пара рН-метра;
- 10 — авторегульований пристрій кулонометричного титрування;
- 11 — цифрове табло;
- 12 — анодний відсік датчика;
- 13 — целофанова перетинка між датчиками;
- 14 — катодний відсік датчика;
- 15 — трубка вогнетривка мулітокремнеземиста, призначена для гарячого очищення кисню (у разі визначення вуглецю з масовою часткою більше ніж 0,03 % гаряче очищення кисню можна не виконувати);
- 16 — колонка, заповнена аскаритом для очищення кисню від вуглекислого газу.

Рисунок 1 — Кулонометрична установка

Гачок із жароміцної низьковуглецевої сталі довжиною від 500 мм до 600 мм і діаметром від 3 мм до 5 мм.

Кисень чистотою не менше ніж 95 % — згідно з ДСТУ ГОСТ 5583.

Марганцю діоксид — згідно з ГОСТ 4470.

Свинець гранульований — згідно з ГОСТ 3778.

Гідроперит фармакопейний — згідно з чинним нормативним документом.

Аскарит (вапно натронне або натронний азбест) — згідно з чинним нормативним документом.

Барію гідроксид — згідно з ГОСТ 4107.

Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ДСТУ 4221 або ГОСТ 18300.

Ефір етиловий — згідно з ГОСТ 22300.

Ацетон — згідно з ГОСТ 2603.

Допустимо застосовувати інші леткі органічні розчини.

Поглиняльний і допоміжний розчини — згідно з доданою до приладу інструкцією і відповідно до типу застосованої кулонометричної установки.

Плавні: мідь — згідно з ДСТУ ГОСТ 546, ДСТУ ГОСТ 859, олово — згідно з ГОСТ 860, залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з ГОСТ 13610 або оксиди цих металів. Допустимо застосовувати інші плавні. Усі плавні мають бути високої чистоти, і їх має бути перевірено на вміст вуглецю.

4.3 Підготування до аналізу

Прилад готують до роботи згідно з інструкцією до аналізатора. Перевіряють герметичність газового тракту установки. Для видалення слідів вуглецю з установки перед початком роботи через установку пропускають струмінь кисню і прожарюють трубку. Пропускання кисню і прожарювання трубки виконують до отримання мінімального постійного показання приладу. Перед початком роботи, а також після заміни трубок спалюють дві-три довільні наважки проби з масовою часткою вуглецю 1,0 %. Градують аналізатор за стандартними зразками вуглецевих сталей.

Під час аналізування проби з масовою часткою вуглецю менше ніж 0,10 % потрібне додаткове очищення від діоксиду сірки. Для цього у фільтр-поглинач, розміщений між поглинальною склянкою і піччю, вміщують діоксид марганцю або гідроперит. Допустимо використовувати свинець для усунення впливу сірки якщо її масова частка менше ніж 0,03 %. Для цього після встановлення мулітокремнеземистої або фарфорової трубки, а також після подальшої її заміни спалюють наважку свинцю.

Для контролювання правильності роботи установки перед початком роботи і через кожні 2—3 год під час роботи спалюють дві-три наважки стандартного зразка сталі або чавуну з відомою масовою часткою вуглецю, близькою до аналізованої.

4.4 Аналізування

У човник вміщують наважку проби масою від 0,25 г до 0,50 г залежно від масової частки вуглецю в пробі. Покривають наважку рівномірним шаром плавня. Співвідношення мас наважки плавня і проби становить 0,5:1 або 1:1.

У разі аналізування вуглецевих сталей допустимо спалювати наважки проби без плавня.

Під час аналізування сталі з масовою часткою вуглецю менше ніж 0,2 % стружку проби, за потреби, рекомендовано попередньо промити ефіром, етиловим спиртом або ацетоном і висушити на повітрі.

Човник з наважкою проби і плавнем вміщують у найбільш нагріту частину фарфорової трубки, яку швидко закривають металевим затвором, натискають на клавішу «скидання» і спалюють наважку проби за температури від 1250 °С до 1350 °С.

Під час спалювання наважки проби на цифровому табло, установленому на «0» у момент початку спалювання, відбувається безперервний відлік показань. Аналізування вважають закінченим, коли показання цифрового табло не змінюються протягом однієї хвилини або змінюються на значення холостого відліку приладу, а стрілка індикатора рН установиться у вихідне положення.

Паралельно через усі стадії аналізування проводять контрольний дослід. Для цього у прожарений фарфоровий човник вміщують відповідний плавень і спалюють його за робочої температури протягом часу, затраченого на спалювання наважки проби.

4.5 Опрацювання результатів

Масову частку вуглецю X_1 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot (A - A_1)}{m}, \quad (1)$$

де m_1 — маса наважки, за якою відградувано прилад, г;

A — показання приладу, отримані під час спалювання наважки аналізованої проби, %;

A_1 — середнє арифметичне значення показань приладу, отримане під час спалювання плавня в контрольному досліді, %;

m — маса наважки аналізованої проби, г.

У разі використання коригувача маси формула набуває такого вигляду:

$$X_1 = A - A_1. \quad (2)$$

5 МЕТОД ІНФРАЧЕРВОНО-АБСОРБЦІЙНОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ ВИЗНАЧЕННЯ ВУГЛЕЦЮ

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на спалюванні наважки проби у високочастотній індукційній печі у струмені кисню за температури від 1350 °С до 1700 °С та визначенні масової частки утвореного діоксиду вуглецю вимірюванням поглиненої ним інфрачервоної радіації.

5.2 Апаратура і реактиви

Автоматичний аналізатор будь-якого типу, заснований на принципі абсорбції інфрачервоної радіації, що забезпечує точність результату аналізу, передбачену цим стандартом.

Кисень чистотою не менше ніж 99,0 % — згідно з ДСТУ ГОСТ 5583.

Ефір етиловий (медичний) — згідно з ГОСТ 22300.

Допустимо застосовувати інші леткі органічні розчинники: ацетон — згідно з ГОСТ 2603 або хлороформ — згідно з ГОСТ 20015.

Плавень застосовують залежно від типу використовуваного аналізатора.

5.3 Підготування до аналізу

Перед аналізуванням установку приводять у робочий стан згідно з інструкцією до установки.

Прилад градуують за стандартними зразками сталей вуглецевих.

5.4 Аналізування

Аналізування проводять згідно з інструкцією до аналізатора.

За потреби наважку проби рекомендовано попередньо промити ефіром або іншим летким органічним розчинником і висушити на повітрі.

Для внесення відповідної поправки в результат аналізу проби проводять контрольний дослід.

Для контролю правильності результатів аналізу перед початком роботи і через кожні 2—3 год під час роботи спалюють дві-три наважки стандартного зразка сталі або чавуну з відомою масовою часткою вуглецю, близькою до аналізованої.

5.5 Опрацювання результатів

Масову частку вуглецю X_2 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_2 = A - A_1, \quad (3)$$

де A — показання приладу, отримані під час спалювання наважки аналізованої проби, %;

A_1 — показання приладу, отримані під час спалювання плавня в контрольному досліді, %.

6 МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ГРАФІТУ

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на властивості графіту не розчинятися під час розчинення проби чавуну або сталі в розведеній азотній кислоті. Осад відфільтровують, висушують, спалюють у струмені кисню і визначають масову частку графіту кулонометричним методом або методом інфрачервоно-абсорбційної спектроскопії.

6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Застосовують апаратуру, реактиви та розчини згідно з 4.2, а також наведені нижче.

Насос Комовського або будь-якого іншого типу для створення розрідження під час фільтрування — згідно з чинним нормативним документом.

Азбест для фільтрування, приготовлений так. Волокнистий азбест ріжуть на шматочки довжиною приблизно 10 мм і обробляють кип'ятінням у соляній кислоті, доки нові порції кислоти не перестануть забарвлюватися у жовтий колір, що свідчить про відсутність заліза. Після цього азбест відмивають від кислоти гарячою водою, сушать і прожарюють за температури від 800 °С до 850 °С протягом 0,5—1,0 год до повного вигорання вуглецю. Потрібно перевірити азбест на вміст вуглецю, спалюючи у печі таку його кількість, яку використовують для аналізування.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461, розведена 1:1.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204.

Кислота ортофосфорна — згідно з ГОСТ 6552.

Кислота фтористоводнева — згідно з ГОСТ 10484.

Індикатор дифеніламін — згідно з ГОСТ 194, розведений так: 1 г дифеніламіну розчиняють у 100 см³ сірчаної кислоти або в 100 см³ ортофосфорної кислоти.

6.3 Аналізування

Стружку аналізованої проби ретельно розтирають в агатовій ступці та просіюють крізь сито з розміром отвору 0,10 мм. Крупні частинки, що залишилися, розтирають доти, доки вся стружка не пройде крізь сито. Пробу усереднюють.

Сталеву стружку, призначену для визначення вмісту вуглецю відпалу, не розтирають.

Наважку підготовленої стружки чавуну або сталі масою, що залежить від масової частки графіту, наведеної в таблиці 1, вміщують у стакан місткістю від 200 см³ до 250 см³ і розчиняють в азотній кислоті, розведеної 1:1, накривши стакан годинниковим склом. Якщо реакція є бурхливою, стакан занурюють у посудину з холодною водою і після припинення бурхливої реакції продовжують розчиняти, помірно нагріваючи.

Таблиця 1

Масова частка графіту, %	Маса наважки проби, г	Об'єм розчину азотної кислоти для розчинення, см ³
Від 0,05 до 0,50 включ.	1,0	50
Понад 0,5 » 1,0 »	0,5	35
» 1,0 » 5,0 »	0,25	25

У разі випадання значного осаду кремнієвої кислоти додають від 1 см³ до 2 см³ фтористоводневої кислоти і продовжують нагрівати.

Розчинення вважають закінченим, якщо припиняється виділення бурих парів оксидів азоту (при цьому каламутний осад має повільно опускатися на дно стакана). У цьому разі вміст стакана доводять до кипіння, додають 100 см³ гарячої води і знову доводять до кипіння. Гарячий розчин зливають через азбестовий фільтр, спеціально оброблений і вміщений у фарфоровий тигель із сітчастим дном або на скляну лійку з фарфоровою фільтрувальною пластинкою. Фільтрують під вакуумом. Осад графіту промивають у стакані 4—5 разів гарячою водою, підкисленою кількома краплями азотної кислоти, і переносять на фільтр. Частинки осаду, що пристали, знімають шматочком азбесту за допомогою скляної палички або пінцета. Після цього осад і азбестовий фільтр промивають гарячою водою за температури від 70 °С до 80 °С до негативної реакції на азотну кислоту (під час змішування на фарфоровій пластинці однієї краплі промивної рідини з двома краплями дифеніламіну не повинно бути забарвлення).

Осад графіту разом з азбестом переносять пінцетом у фарфоровий човник, заздалегідь прожарений у струмені кисню, і висушують у сушильній шафі за температури від 105 °С до 110 °С протягом 30—40 хв.

Висушений осад графіту спалюють у трубчастій печі, і далі закінчують визначання кулонометричним методом (відповідно до розділу 4) або методом інфрачервоно-абсорбційної спектроскопії (відповідно до розділу 5).

6.4 Опрацювання результатів

Масова частка графіту X_3 у відсотках у разі визначання його кулонометричним методом за наважки масою 0,5 г відповідає показанню цифрового табло приладу з урахуванням контрольного дослідження. За наважки масою 0,25 г масову частку графіту обчислюють за формулою:

$$X_3 = (A - A_1) \cdot 2; \quad (4)$$

за наважки масою 1,0 г масову частку вуглецю обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{A - A_1}{2}. \quad (5)$$

де A і A_1 — показання табло під час спалювання наважки аналізованої проби і в контрольному досліді відповідно.

7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

7.1 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки вуглецю та графіту у сталі вуглецевій наведено в таблиці 2, а в чавуні нелегованому — у таблиці 3.

Таблиця 2

У відсотках

Масова частка вуглецю або графіту у сталі					Границя допустимої похибки результатів аналізу Δ	Допустима розбіжність			
						двох середніх результатів аналізу, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень d_2	трьох паралельних визначень d_3	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення δ
Від	0,01	до	0,02	включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Понад	0,02	»	0,05	»	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
»	0,05	»	0,10	»	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005
»	0,1	»	0,2	»	0,012	0,015	0,013	0,015	0,008
»	0,2	»	0,5	»	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010
»	0,5	»	1,0	»	0,024	0,030	0,025	0,030	0,015
»	1,0	»	2,0	»	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
»	2,0	»	5,0	»	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05

Таблиця 3

У відсотках

Масова частка вуглецю або графіту в чавуні					Границя допустимої похибки результатів аналізу Δ	Допустима розбіжність			
						двох середніх результатів аналізу, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень d_2	трьох паралельних визначень d_3	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення δ
Від	0,01	до	0,02	включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
Понад	0,02	»	0,05	»	0,006	0,008	0,007	0,008	0,004
»	0,05	»	0,10	»	0,012	0,015	0,013	0,015	0,008
»	0,1	»	0,2	»	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010
»	0,2	»	0,5	»	0,024	0,030	0,025	0,030	0,015
»	0,5	»	1,0	»	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
»	1,0	»	2,0	»	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
»	2,0	»	5,0	»	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05

8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

До роботи з обладнанням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устаткування і правила експлуатування електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і яких допущено до роботи у встановленому на підприємстві (організації) порядку.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час аналізування треба дотримуватися вимог щодо безпеки, викладених в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях з урахуванням специфіки аналізування, і розроблених згідно з ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010, ДСТУ 7237 та іншими чинними нормативними документами.

9.2 Під час роботи з використанням стисненого кисню потрібно дотримуватися чинних правил техніки безпеки:

— не допускати накопичування кисню в розігрітій зоні печі, що може призвести до вибуху; для цього після спалювання потрібно негайно видалити кисень з печі;

- не допускати розміщення балонів з киснем і електропечей в одній кімнаті;
- ретельно стежити за тим, щоб мастило не стикалося з киснем;
- електропроводка у місцях роботи з киснем має бути справною;
- під час роботи з киснем потрібно остерігатися насичення киснем одягу.

9.3 Основна небезпека під час спалювання проб — це опіки під час прожарювання човників і спалювання наважки. Потрібно використовувати гачок або щипці для видалення човників із фарфорової трубки.

ДОДАТОК А
(довідковий)

**ТЕХНІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ІНДУКЦІЙНИХ ПЕЧЕЙ
ТА ІНФРАЧЕРВОНИХ АНАЛІЗАТОРІВ, ВИГОТОВЛЕНИХ
ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВУГЛЕЦЮ**

А.1 Джерело кисню (балон або киснепровід) повинне мати редукційний вентиль для регулювання тиску кисню, який подають у піч. При цьому регулятор тиску має бути розраховано на 28 кг/м².

А.2 Пристрій для очищення кисню складається з поглинальної трубки, наповненої азбестом, просоченим гідроксидом натрію, для поглинання діоксиду вуглецю, та осушувальної трубки із хлорнокислим натрієм.

А.3 Вимірник газового потоку (реометр) розраховано на вимірювання в діапазоні від 0 дм³/хв до 4 дм³/хв.

А.4 Високочастотна індукційна піч

А.4.1 Піч для спалювання складається з індукційної котушки та високочастотного генератора. Камера печі являє собою кремнеземисту трубку (зовнішній діаметр від 30 мм до 40 мм, внутрішній діаметр від 26 мм до 36 мм, довжина трубки від 200 мм до 220 мм), установлену всередину індукційної котушки. На кінцях трубок розміщено металеві пластини, закріплені металевими кільцями. У пластинках є вхідний і вихідний отвори для газу.

А.4.2 Високочастотний генератор потужністю від 1,5 кВт до 2,5 кВт може мати різну частоту залежно від конкретного виробника.

Застосовують частоти від 2 МГц до 6 МГц, 15 МГц або 20 МГц. Енергію від генератора подають на індукційну котушку, у якій міститься кремнеземиста трубка, охолоджена повітрям.

А.4.3 Тигель зі зразком і плавнем розміщують на підставці, розташованій так, щоб у разі її піднімання метал у тиглі перебував безпосередньо всередині індукційної котушки, що забезпечує ефективний зв'язок під час подавання енергії.

А.4.4 Діаметр індукційної котушки, кількість витків, розміри камери печі та потужність генератора визначає фірма-виробник.

А.4.5 Температура спалювання залежить як від чинників, зазначених в А.4.4, так і від властивостей металу в тиглі, від форми і маси аналізованого зразка.

А.5 Пиловловлювач призначений для очищення струменя кисню, що виходить із печі, від пилу та оксидів металів.

А.6 Трубка для десульфування складається з окислювальної трубки, яка нагрівається і заповнена платиновою фольгою або платинованим діоксидом кремнію, і фільтра для поглинання триоксиду сірки, наповненого волокном целюлози.

А.7 Інфрачервоний аналізатор

А.7.1 Для більшості приладів цього типу характерно, що газоподібні продукти спалювання переносяться в систему аналізатора безперервним струменем кисню. Потік газу проходить через комірку,

де фотоелемент реєструє випромінювання, поглинуте діоксидом вуглецю або сумішшю діоксиду та оксиду вуглецю в інфрачервоній області спектра; випромінювання вимірюють і підсумовують за заданий період часу. Сигнал перетворюється на відсотковий уміст вуглецю і виводиться на шкалу приладу.

A.7.2 У деяких аналізаторах продукти спалювання збираються в атмосфері кисню за контрольованого тиску в заданому об'ємі, і цю суміш аналізують на вміст оксиду або діоксиду вуглецю.

A.7.3 Аналізатор зазвичай має електронний пристрій для установлення шкали приладу на нуль, компенсації холостого досліду, установлення нахилу калібрувальної кривої та корекції у випадку її нелінійності. Крім того, аналізатор зазвичай має пристрій для введення маси наважки стандартного зразка та аналізованої проби для автоматичної корекції зчитуваного результату. Прилади також може бути обладнано автоматичними вагами для зважування тиглів, наважок аналізованих проб і передавання значень їхніх мас у калькулятор.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: чавун, сталь, вуглець, графіт, кулонометричний метод, метод інфрачервоно-абсорбційної спектроскопії, наважка, похибка, стандартний зразок.
