

ГОСТ 22974.13—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ

## Метод определения углерода

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
Минск

## 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 ПЛАВЛЕННЫЕ****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 плавленные. 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**

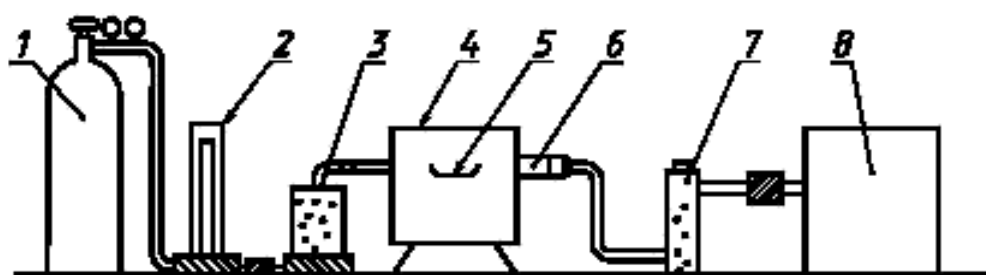
Метод основан на сжигании навески в токе кислорода в присутствии плавня при температуре 1300 °С, поглощении образовавшегося диоксида углерода поглотительным раствором с определенным начальным значением pH и последующем измерении необходимого для восстановления исходного значения pH количества электричества, 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 гидролизует. Кремниевая кислота выделяется в виде белого налета на поверхности влажной смолы, а фтористоводородная кислота поглощается анионитной смолой.

#### 4.2 Аппаратура, реактивы 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 отрезками для подвода резиновых трубок, заполненных 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; 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Вспомогательный раствор: 50 г хлористого калия и 50 г железистосинеродистого калия растворяют в 1000 см<sup>3</sup> 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<br>углерода | $\Delta$ | Допускаемое расхождение |       |       | $\delta$ |
|---------------------------|----------|-------------------------|-------|-------|----------|
|                           |          | $d_k$                   | $d_2$ | $d_3$ |          |
| 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     |

Ключевые слова: флюсы сварочные плавные, 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 01.09.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.  
Тираж 230 экз. С/Д 3711. Зак. 810.

---

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