ГОСТ 18317—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

Издание официальное

БЗ 8—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Институтом проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины (ТК 150 "Порошковая металлургия")

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Киргизстан	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 19 июня 1996 г. № 401 межгосударственный стандарт ГОСТ 18317—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 18317—73

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения воды

Metallic powders.
Methods for determination of water

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле от 0,02 до 2,0 %) и гравиметрический (при массовой доле от 0,1 до 5,0 %) методы определения воды в металлических порошках, применяемых в порошковой металлургии.

Методы применяют самостоятельно или одновременно с определением массовой доли компонентов в аналитических пробах порошков с последующим расчетом их массовой доли в абсолютно сухом порошке.

Стандарт не распространяется на металлические порошки с органическими веществами на поверхности, которые при нагреве до 110°С реагируют в инертной газовой среде с водой или разлагаются с ее образованием.

Стандарт пригоден для целей сертификации.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2222—78 Метанол-яд технический. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5955—75 Бензол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 7995—80 Краны соединительные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 8984—75 Силикагель-индикатор. Технические условия

ГОСТ 9932—75 Реометры стеклянные лабораторные. Технические условия

ГОСТ 13647—78 Пиридин. Технические условия

ГОСТ 23148—78 Порошки металлические. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

3.1 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии воды, полученной путем отгонки инертным газом из прокаливаемых при температуре 105—110 °С порошков, с реактивом Фишера при электрометрическом титровании.

3.2 Аппаратура, посуда и реактивы

Установка для определения массовой доли воды путем электрометрического титрования реактивом Фишера (рисунок 1).

Установка состоит из следующих элементов:

стеклянного лабораторного реометра *1* по ГОСТ 9932;

двух склянок *2* для промывания газов по ГОСТ 25336, наполненных концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204;

адсорберов *3* с предварительно прокаленным при температуре не менее 200 °С активированным углем;

спиралеобразных ловушек *4* с силикагелем-индикатором по ГОСТ 8984;

трехходового крана *5* по ГОСТ 7995 с двумя положениями: А — ⊢ — поток инертного газа направлен в кварцевую трубку *6*; В — ⊥ — поток инертного газа направлен непосредственно в титровальный сосуд, минуя кварцевую трубку;

кварцевой трубки *6* длиной 400 мм и диаметром не менее 30 мм, в которую помещают никелевые лодочки *7*;

трубчатой печи с нихромовым нагревателем *8*, рассчитанной на температуру до 300 °С;

трехходового крана *9* с двумя положениями;

А — ⊥ — ток инертного газа направлен в титровальный сосуд;

В — ⊢ — ток инертного газа направлен в атмосферу;

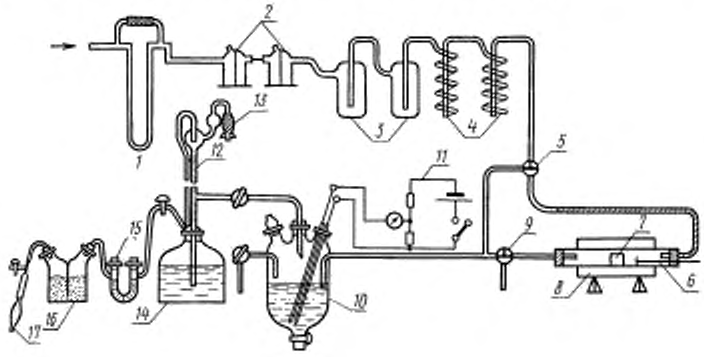


Рисунок 1

сосуда для титрования *10* вместимостью от 300 до 400 см^3, схема которого приведена на рисунке 2;

электрической схемы *11* для контроля за ходом титрования;

микробюретки *12* типа II по ГОСТ 1770 вместимостью 25 см^3, снабженной для защиты от атмосферной влаги хлоркальциевой трубкой *13* по ГОСТ 25336;

склянки *14* с реактивом Фишера вместимостью 2000 см^3;

U-образной трубки *15* по ГОСТ 25336, наполненной окрашенным и осушенным силикагелем;

склянки *16* для промывания газов по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204;

резиновой груши *17*.

Титровальный сосуд (рисунок 2) состоит из следующих элементов:

стеклянной колбы *1* объемом 300—400 см^3;

крана для слива жидкости *8*;

трубок *2* для входа и выхода инертного газа, впаянных в колбу;

шлифа *3* типа А 29 с осушительной трубкой *4* или с притертой заглушкой;

пробки *5*, в отверстие которой вставляют притертую насадку с

капилляром *6*, оттянутым на необходимую длину. К насадке присоединяют сливную трубку микробюретки типа II по ГОСТ 1770;

платиновых электродов *7*. Электроды впаивают в стеклянную трубку, пришлифованную к отверстию в титровальном сосуде. Электроды должны располагаться вблизи дна сосуда;

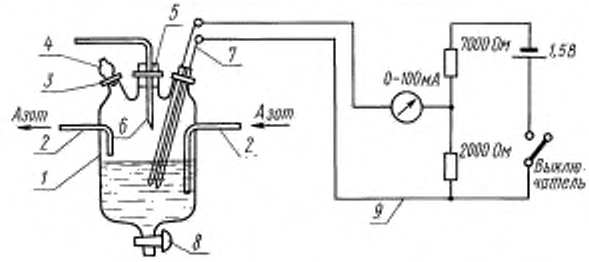


Рисунок 2

электрической схемы *9* для указания хода титрования, состоящей из аккумулятора напряжением 1,5 В, двух сопротивлений на 2000 и 7000 Ом, выключателя и гальванометра такой чувствительности, чтобы полное отклонение стрелки на шкале прибора происходило при токе не более 100 мА.

Объем раствора в титровальном сосуде должен быть не менее 60 см^3. Раствор должен полностью покрывать платиновые электроды.

Конструкция титровального сосуда должна обеспечивать беспрепятственный слив жидкости через кран *8*.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50 и 100 см^3.

Пипетки по ГОСТ 1770 типа I вместимостью 5 и 10 см^3.

Капельницы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 типа II.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 марки Мг96.

Метанол-яд по ГОСТ 6995 или ГОСТ 2222, осушенный и перегнанный по А.1.

Реактив Фишера, приготовленный по А.3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 концентрированная.

Уголь активированный.

Пиридин по ГОСТ 13647, ч.д.а., осушенный и перегнанный по А.2.

Кальций хлористый плавленый по ГОСТ 450, свежепрокаленный.

Бензол по ГОСТ 5955, ч.д.а.

Йод по ГОСТ 4159, ч.
Изатин, ч.д.а.
Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.3 Отбор проб

3.3.1 Пробу для испытания отбирают и приготавливают по ГОСТ 23148. Масса пробы для испытания должна быть не менее 200 г. Масса навески для испытания в зависимости от предполагаемой массовой доли воды в порошке должна соответствовать требованиям таблицы 1.

Таблица 1

Предполагаемая массовая доля воды в порошке, %	Масса навески, г, не менее
От 0,02 до 0,2	50,0
Св. 0,2 » 0,5	20,0
» 0,5 » 1,0	10,0
» 1,0 » 2,0	5,0

3.3.2 Порошок испытывают в состоянии поставки, т.е. в воздушно-сухом состоянии. Допускается предварительное высушивание порошка на воздухе.

3.3.3 Массу навески порошка определяют с погрешностью не более 0,0002 г.

3.3.4 Определение следует проводить не менее чем на двух навесках порошка.

3.4 Подготовка к анализу

3.4.1 По схеме, указанной на рисунке 1, собирают установку для электромеханического титрования воды, содержащейся в металлических порошках. В качестве соединительных звеньев в установке используют либо полиэтиленовые, либо полувакуумные, предварительно осушенные шланги. Для смазки кранов и шлифов следует пользоваться силиконовой смазкой. В кварцевую трубку *6* помещают предварительно высушенные и взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г никелевые лодочки с определенной навеской металлического порошка. В сосуд для титрования *10* помещают стеклянную трубку с впаянными в нее платиновыми электродами и собирают электрическую схему, как указано на рисунке 2. В среднее отверстие сосуда вставляют насадку с капилляром, к которой присоединена микробюретка *12* с хлоркальциевой трубкой *13*. В сосуд *14* заливают реактив Фишера, приготовленный по методике, описанной в приложении А.

3.4.2 Заполняют микробюретку реактивом Фишера с помощью осушенного воздуха, который подают грушей через склянку *16* для промывания газа с концентрированной серной кислотой, и трубку, наполненную предварительно окрашенным и прокаленным силикагелем.

3.4.3 Проверяют электрическую схему прибора. В случае, изображенном на рисунке 2, гальванометр находится в цепи с титровальным сосудом. Он может также подключаться в шунтированном состоянии. В первом случае гальванометр показывает «0» в конечной точке при завершении титрования, а во втором случае стрелка гальванометра при титровании отклоняется в сторону. Замыкают электроды, поднося металлический предмет к выводам электродов. При замкнутых электродах стрелка должна отклоняться на всю шкалу.

3.4.4 Устанавливают водный эквивалент реактива Фишера. Для этого в сухой титровальный сосуд через отверстие *3* (рисунок 2) с помощью пипетки вносят не менее 60 $см^3$ метанола до полного покрытия им платиновых электродов. Установив кран *5* (рисунок 1) в положение В, поток инертного газа пропускают через систему осушки непосредственно в титровальный сосуд. Для продувки установки газ пропускают в течение 5—7 мин. Включают электрическую схему и титруют содержащуюся в метаноле воду реактивом Фишера. В начале титрования реактив Фишера подают в титровальный сосуд со скоростью одна капля в секунду. При этом стрелка гальванометра отклоняется от нулевого положения незначительно. Когда стрелка гальванометра начнет сильно колебаться, реактив Фишера добавляют со скоростью одна капля в пять секунд и при приближении к точке эквивалентности — со скоростью одна капля в десять секунд.

Титрование проводят до тех пор, пока стрелка гальванометра не установится в определенном положении, которое сохраняется в течение 30—60 с. Прибавление 1—2 капель реактива Фишера не должно менять положение стрелки гальванометра. Это свидетельствует о конце титрования. Объем реактива, израсходованный на титрование обезвоженного метанола, в расчет не принимают.

Далее проверяют полноту сушки инертного газа, применяемого для отгонки воды из металлических порошков. С этой целью пропускают в течение часа газ через титровальный сосуд. Если стрелка гальванометра отклоняется от положения, установившегося при титровании метанола, то вновь титруют воду инертного газа реактивом Фишера до установления постоянного положения гальванометра. Определяют количество реактива Фишера, израсходованное на оттитровывание воды, имеющейся в газе. Опыт повторяют еще раз,

вновь продувая инертный газ в течение часа через титровальный сосуд. Если количество воды в газе будет более 0,002 % за час продувки, то оно должно быть учтено при расчете количества воды в металлических порошках. Далее для установки титра реактива Фишера в оттитрованную смесь через отверстие *3* (см. рисунок 2) вносят с помощью капельницы одну каплю дистиллированной воды массой около 10 мг. Капельницу вынимают и отверстие со шлифом закрывают заглушкой. Капельницу взвешивают до и после взятия вывески с погрешностью не более 0,0002 г. Пускают в титровальный сосуд поток азота (кран *5* находится в положении В) и титруют воду реактивом Фишера по методике, приведенной выше.

Водный эквивалент (титр) реактива Фишера T, г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса воды, внесенная в титровальный сосуд с помощью капельницы, г;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды, см^3.

За водный эквивалент реактива Фишера принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми должны быть не более 0,00004 г/см^3.

3.4.5 Подготавливают для проведения анализа никелевые лодочки. Перед применением они должны быть выдержаны в муфеле один час при температуре 105—110 °С, затем помещены в эксикатор над осушающим веществом.

3.5 Проведение анализа

Через кварцевую трубку *6* установки (рисунок 1) пропускают инертный газ (кран *5* находится в положении А, а кран *9* в положении В). Печь продувают в течение 15—20 мин. Скорость потока инертного газа такая, как при установлении водного эквивалента реактива Фишера по 3.4.4.

Одновременно с продувкой печи взвешивают в никелевой лодочке, подготовленной по 3.4.5, навеску порошка массой, соответствующей требованиям таблицы 1.

Нагревают печь до температуры 105—110 °С. Из кварцевой трубки на выходе из печи вынимают пробку и в потоке инертного газа вставляют в холодную часть трубки никелевую лодочку с навеской порошка. Кварцевую трубку закрывают пробкой и через 5—7 мин передвигают лодочку с помощью задвижки в горячую зону печи, где

выдерживают ее при температуре 105—110 °С до прекращения выделения воды из порошка. Проводят систематическое электрометрическое титрование выделенной воды реактивом Фишера по методике, приведенной в 3.4.4.

Анализ считают законченным, когда инертный газ, используемый для отгонки воды из порошка, не будет содержать воду. При этом фиксируют время, затраченное на проведение анализа.

После окончания титрования продвигают лодочку в холодную зону кварцевой трубки для охлаждения, переключают кран *9* в положение В и удаляют лодочку из трубки. Прекращают нагрев печи и выключают поток газа.

Допускается использовать титровальный сосуд для анализа нескольких проб порошка. При этом массовая доля воды, поглощенной метанолом титровального сосуда, не должна превышать 0,5 %.

3.6 Обработка результатов

3.6.1 Если массовая доля воды в инертном газе не более 0,002 % за час продувки, то массовую долю воды в порошке X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды, выделившейся из массы навески порошка, см^3;

T — водный эквивалент реактива Фишера, г/см^3;

m — масса навески порошка, г.

3.6.2 Если массовая доля воды в инертном газе более 0,002 % за час продувки, то массовую долю воды в порошке X', %, вычисляют по формуле

$$X' = \frac{(V - V_r) \cdot T \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где V_r — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды, содержащейся в инертном газе, см^3.

Примечание — Время титрования воды, содержащейся в навеске порошка, и воды, содержащейся в инертном газе, должно быть одинаковым.

3.6.3 За результат анализа принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значения, указанные в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля воды	Абсолютные допускаемые расхождения параллельных определений
От 0,02 до 0,2	0,01
Св. 0,2 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1,0	0,08
» 1,0 » 2,0	0,12

3.6.4 Результаты анализов (определений) записывают в протокол, содержащий:

- наименование (марку) порошка и данные об условиях его хранения и составе;
- массу пробы и навески, взятых для анализа, г;
- объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, $см^3$;
- водный эквивалент реактива Фишера, $г/см^3$;
- среднее арифметическое результатов анализа, %;
- обозначение настоящего стандарта;
- дату испытания.

4 ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

4.1 Сущность метода

Метод основан на высушивании в печи при температуре 105—110 °С навески пробы порошка, предварительно высушенного на воздухе или взятого в воздушно-сухом состоянии, до постоянной массы.

4.2 Аппаратура, посуда и реактивы

Установка, приведенная в 3.2 (рисунок 1).

Стаканчики для взвешивания (бюксы) с притертой крышкой по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

Кальций хлористый, прокаленный при 700—800 °С или плавленый для заполнения эксикатора.

4.3 Отбор проб

Пробу порошка для испытания отбирают и приготавливают при соблюдении требований 3.3. При этом масса навески для испытания в зависимости от предполагаемой массовой доли воды в порошке должна соответствовать требованиям таблицы 3.

Таблица 3

Предполагаемая массовая доля воды в порошке, %	Масса навески, г, не менее
От 0,1 до 0,4	30,0
Св. 0,4 » 1,6	15,0
» 1,6 » 5,0	5,0

4.4 Проведение анализа

Подготавливают установку (рисунок 1) для анализа. При анализе через кварцевую трубку *6* установки должен постоянно продуваться сухой инертный газ (кран *5* находится в положении А, а кран *9* в положении В). Массовая доля воды в сухом инертном газе при анализе должна быть не более 0,005 %. Проверяют ее периодически между анализами согласно 3.4.4.

Бюксу, предварительно высушенную в печи *8* (рисунок 1) в потоке сухого инертного газа при температуре 105—110 °С, взвешивают вместе с крышкой. Навеску порошка помещают во взвешенную бюксу, закрывают крышкой и взвешивают.

Для удаления воды из порошка взвешенную бюксу с навеской открывают и помещают в печь. Порошок сушат в потоке сухого инертного газа при температуре 105—110 °С. При этом скорость инертного газа, проходящего через печь *8*, после трехходового крана *9* должна быть не менее 25 мм/с. Через час бюксу вынимают из печи, быстро закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе в течение 20—30 мин. Бюксу вынимают из эксикатора и взвешивают. Перед взвешиванием крышку бюксы необходимо приоткрыть и быстро закрыть.

Процедуру сушки (в течение 30 мин), охлаждения и взвешивания бюксы с порошком повторяют до достижения различия между двумя последними массами менее 0,0005 г.

Все взвешивания при анализе проводят с погрешностью не более 0,0002 г.

Допускается проводить сушку навесок порошка в сушильном шкафу с электрообогревом и терморегулятором без использования инертной газовой среды или в вакууме, если об этом имеются указания в нормативной документации на конкретный порошок.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю воды X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_0}, \qquad (4)$$

где m_1 — масса бюксы с крышкой и навеской порошка до сушки, г;

m_2 — масса бюксы с крышкой и порошком после сушки, г;

m_0 — масса навески порошка, г.

4.5.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значения, указанные в таблице 4.

Таблица 4

В процентах

Массовая доля воды	Абсолютные допускаемые расхождения параллельных определений
От 0,1 до 0,2	0,02
Св. 0,2 » 0,4	0,03
» 0,4 » 0,8	0,05
» 0,8 » 1,6	0,08
» 1,6 » 3,2	0,12
» 3,2 » 5,0	0,20

4.5.3 Результаты анализов (определений) записывают в протокол, содержащий:

- наименование (марку) порошка и данные об условиях его хранения и составе;
- массу пробы и навески, взятой для анализа, г;
- среднее арифметическое результатов анализа;
- обозначение настоящего стандарта;
- дату испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

А.1 Приготовление обезвоженного метанола

Обезвоженный метанол получают обработкой его метилатом магния, который, реагируя с водой, находящейся в метаноле, образует гидроокись магния.

В круглодонную колбу вместимостью 1 дм^3, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г магниевой стружки, 0,5 г сублимированного йода и вливают 250—300 см^3 метанола. При этом происходит энергичное выделение водорода. Если водород выделяется слабо, то смесь слегка нагревают на водяной бане для лучшего растворения магния и полного его перехода в метилат магния. Затем через верхнюю часть холодильника приливают в колбу 500—600 см^3 метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Обезвоженный метанол перегоняют, используя елочный дефлегматор. В приемник из стекла, снабженный хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую при температуре от 64 до 65,5 °С (при давлении 101330 Па). При перегонке должны быть приняты меры предосторожности против попадания влаги воздуха в перегнанный метанол. Степень обезвоживания (осушки) метанола должна обеспечивать массовую долю воды не более 0,02 %.

Предельно допустимая концентрация метанола в воздухе — 5 мг/м^3.

В одной лаборатории не допускается использовать метиловый и этиловый спирты одновременно.

Не допускается работа с метанолом без вентиляции.

Метанол должен храниться в стеклянной таре, пустая тара должна промываться водой.

А.2 Приготовление обезвоженного пиридина

Обезвоживание пиридина проводят азеотропной отгонкой воды с бензолом. Для этого в круглодонную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят 500 см^3 пиридина и 100 см^3 бензола без тиофена (реакция с изатином: кристаллик изатина смачивают несколькими миллилитрами концентрированной серной кислоты, затем приливают бензол, в присутствии тиофена появляется синяя окраска). Содержимое колбы тщательно взбалтывают в течение 5—10 мин и подвергают разгонке, используя при этом елочный дефлегматор. Затем в приемник из стекла, снабженный хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую при температуре от 114 до 116 °С (при давлении 101330 Па). При перегонке должны быть приняты меры предосторожности против попадания влаги воздуха в перегнанный пиридин.

Степень обезвоживания (сушки) пиридина должна обеспечивать массовую долю воды не более 0,02 %.

Предельно допустимая концентрация пиридина в воздухе — 5 мг/м^3.

Не допускается работа с пиридином без вентиляции.

Приготовление обезвоженного метанола или пиридина допускается проводить любым другим методом, обеспечивающим массовую долю воды в них не более 0,02 %.

А.3 Приготовление реактива Фишера

Реактив Фишера готовят согласно прилагаемой к нему инструкции. Водный эквивалент (титр) реактива Фишера должен быть от 0,003 до 0,004 г/см^3. Он может быть приготовлен также следующим образом: в сухую колбу вместимостью 2000 см^3 с притертой пробкой отмеряют 800 см^3 безводного пиридина. Стеклянную пробку заменяют резиновой с двумя стеклянными трубками, одна из которых доходит почти

до дна колбы и предназначена для ввода газа, другая — для выхода газа. Колбу с содержимым взвешивают и охлаждают в ледяной воде. Вводную трубку соединяют со стеклянным сифоном, заполненным сернистым ангидридом, применяемым в холодильной промышленности, и пропускают газ в колбу при непрерывном перемешивании до тех пор, пока общая масса колбы с содержимым не увеличится на 40 г. После этого удаляют резиновую пробку с трубками и добавляют 90 г сублимированного йода. Закрывают сосуд стеклянной пробкой, встряхивают для растворения йода и оставляют смесь на 24 ч в темном месте, после чего ее переносят в сосуд для реакции.

Склянка для хранения реактива Фишера должна быть изготовлена из темного стекла или закрыта чехлом из темной ткани для защиты реактива от действия света.

Водный эквивалент (титр) реактива Фишера устанавливают через 24 ч после его приготовления, последующие его определения проводят не реже одного раза в сутки.

УДК 669-492.2:546.212.06:006.354 ОКС 77.120 В59 ОКСТУ 1790

Ключевые слова: металлический порошок, определение, массовая доля, испытание

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.10.96. Подписано в печать 10.12.96.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 246 экз. С4071. Зак. 618.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru