ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

# ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ В ВОДОРОДЕ

## ГОСТ 18897—73
## (СТ СЭВ 1561—79)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669-492.2 : 001.4 :006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

## Метод определения потери массы при прокаливании в водороде

Metal powders. Method for determination of metal powders losses while heating it in hydrogen

# ГОСТ 18897—73*

(СТ СЭВ 1561—79)

ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14 июня 1973 г. № 1465 срок введения установлен**

**с 01.01.75**

**Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4259 срок действия продлен**

**до 01.07.90**

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения потери массы при прокаливании в водороде металлических порошков железа, никеля, кобальта, меди, бронзы, молибдена, вольфрама, легированной стали, олова, свинца. Метод позволяет приближенно определять содержание кислорода в металлических порошках.

Метод заключается в уменьшении массы порошка после его прокаливания.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1561—79.

## 1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовку проб для анализа проводят по ГОСТ 23148—78.

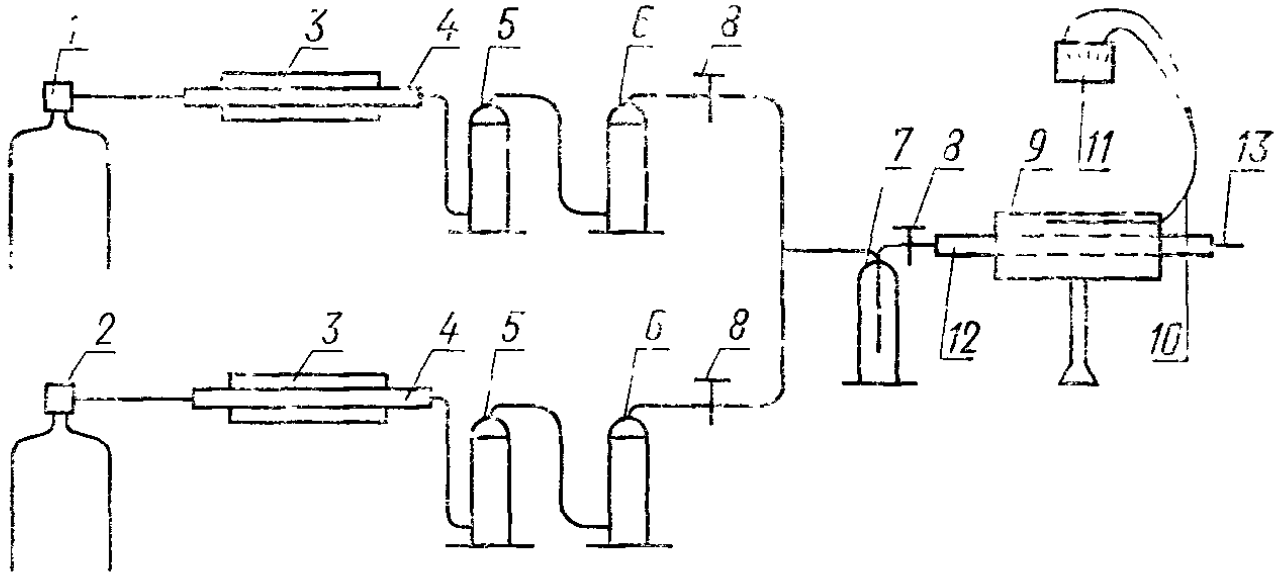
**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1980 г., декабре 1984 г. (ИУС 2—81, 3—85).*

© Издательство стандартов, 1986

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Установка для определения потери массы при прокаливании в водороде (см. чертеж).




Установка состоит из следующих элементов: водородного баллона с редуктором *1*; азотного баллона с редуктором *2;* электрических трубчатых печей *3* (зона нагрева не менее 150 мм) со средствами контроля и управления температурой; кварцевых труб *4* диаметром 18—22 мм и длиной около 400 мм, наполненных медной стружкой, предназначенных для очистки водорода и азота от кислорода; склянок Тищенко: с аскаритом *5*, с фосфорным ангидридом, смешанным с прокаленным асбестом *6*; склянки Дрекселя *7* с концентрированной серной кислотой; кранов стеклянных *8* по ГОСТ 7995—80, соединяющих систему очистки с печью; электрической трубчатой печи *9* с сопротивлением, разрешающим поддерживать температуру до 1200°С; термопары платина-платинородиевой *10*; гальванометра *11*; кварцевой или керамической газонепроницаемой трубы *12* диаметром 22 мм и длиной 750—1000 мм; резиновой пробки с кварцевой трубкой *13*.

Реактивы для поглощения влаги (аскарит, фосфорный ангидрид и серная кислота) заменяются через 1,5—2 месяца.

Для очистки водорода от кислорода применяют также поглотительную склянку с палладированным асбестом. Для поглощения влаги — склянку с силикагелем.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147—80, кварцевые, корундовые, из окиси циркония, молибденовой жести, никелевые длиной 50—90 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Крючок из легированной стали для загрузки и выгрузки лодочки из печи.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Аскарит.

Фосфорный ангидрид.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022—80.

Азот по ГОСТ 9293—74.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Сборка установки и проверка герметичности.

Собирают установку, как указано на чертеже. Газ, использованный для продувки, должен удаляться через вытяжную вентиляцию.

Для проверки герметичности системы вынимают из конца трубы резиновую пробку с кварцевой трубкой и заменяют ее резиновой пробкой. Включают ток водорода и открывают кран, соединяющий печь с водородом (доступ азота должен быть перекрыт). Если в дрекселе с серной кислотой в течение 5 мин не замечено выделения пузырьков газа, система герметична. Затем перекрывают доступ водорода, открывают ток азота и проверяют герметичность азотной линии.

3.2. Подготовка лодочек для анализа

Перед проведением испытания лодочки должны быть прокалены в токе водорода до постоянной массы и должны храниться в эксикаторе. Включают печи *3,* предназначенные для очистки газов от кислорода. На протяжении всего процесса работы на установке в них поддерживается температура 450°С.

Трубку помещают в печь *9* так, чтобы один конец ее на две трети выступал из печи в сторону подачи газа.

Печь *9* со вставленной в нее трубой нагревают до температуры 1000°С. Включают ток азота и пропускают его через систему в течение 5 мин. Затем открывают трубу и в ее короткую часть, в середину печи, помещают лодочки. Закрывают трубу и снова пропускают ток азота в течение 1 мин. Прекращают подачу азота и одновременно включают ток водорода со скоростью 3—5 пузырьков в секунду. На выходе из печи зажигают факел водорода. Через 1 ч трубу с лодочками выдвигают по ходу тока водорода так, чтобы лодочка находилась на расстоянии 150—200 мм от горячей зоны печи.

Лодочки охлаждают в токе водорода в течение 20—30 мин. Прекращают подачу водорода и одновременно включают ток азота, который пропускают в течение 1 мин.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В прокаленную и взвешенную лодочку помещают 1—10 г исследуемого порошка, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску порошка равномерно распределяют в лодочке так, чтобы толщина его слоя не превышала 3 мм.

Печь *9* со вставленной в нее трубой нагревают до температуры, указанной в табл. 1.

Включают ток азота и пропускают его в течение 5 мин. Линейная скорость протекания азота в холодной части трубы должна быть не менее 2,5 см/с. Линейную скорость газа *(V)*, см/с, вычисляют по формуле

$$V = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{K}{Д^2},$$

где $K$ — расход газа, $см^3/с$;

Д — внутренний диаметр трубы, см.

Открывают трубу и помещают лодочку с навеской порошка в ее короткую часть, в середину печи.

Закрывают трубу и снова пропускают ток азота в течение 1 мин.

Прекращают подачу азота и одновременно включают ток водорода. Линейная скорость протекания водорода в холодной части трубы должна быть не менее 2,5 см/с.

Таблица 1

| Порошок | Температура прокаливания, °С | Время прокаливания, мин | Наименование лодочки |
|---|---|---|---|
| Медный | 875±15 | 30 | Фарфоровые, кварцевые, корундовые, из окиси циркония, молибденовой жести, никелевые |
| Бронзы оловянной | 775±15 | 30 | |
| Бронзы свинцовой | 660±10 | 10 | |
| Железный | 1150±20 | 60 | Фарфоровые, корундовые, из окиси циркония, молибденовой жести, никелевые |
| Стали легированной | 1150±20 | 60 | То же |
| Кобальтовый | 1050±20 | 60 | Фарфоровые, корундовые, из окиси циркония, молибденовой жести, никелевые |
| Вольфрамовый | 1150±20 | 60 | То же |
| Молибденовый | 1100±20 | 60 | Фарфоровые, корундовые, из окиси циркония, никелевые |
| Никелевый | 1050±20 | 60 | Фарфоровые, кварцевые, корундовые, из окиси циркония, молибденовой жести |
| Оловянный | 550±10 | 30 | Фарфоровые, кварцевые, корундовые |
| Свинцовый | 550±10 | 30 | То же |

По истечении времени, необходимого для восстановления порошка, трубу с лодочкой выдвигают из горячей зоны печи. Лодочку с навеской охлаждают в токе водорода в течение 20—30 мин. Затем прекращают подачу водорода и одновременно включают ток азота, который пропускают через систему в течение 5 мин.

Открывают трубу, вынимают лодочку с навеской, помещают ее в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.2. Допускается определять потери массы при прокаливании в водороде без применения азота.

Определение производят следующим образом: лодочку с навеской порошка помещают в холодную печь и пропускают через систему водород в течение 10—15 мин. Зажигают факел водорода.

Затем включают печь *9,* нагревают ее до температуры, указанной в табл. 1.

По истечении времени, необходимого для восстановления порошка, печь выключают.

Трубу с лодочкой выдвигают из горячей зоны печи, снижают температуру печи до 500°С, не прекращая подачи водорода. Затем вынимают лодочку, помещают ее в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

## 5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Потери массы при прокаливании в водороде ($X$) в процентах вычисляют с погрешностью не более 0,01% по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100,$$

где $m_1$ — масса лодочки, прокаленной до постоянной массы, г;
$m_2$ — масса лодочки с порошком перед испытанием, г;
$m_3$ — масса лодочки с порошком после испытания, г.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5.2. Среднее арифметическое результатов двух параллельных определений принимают за окончательный результат.

Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Потери массы при прокаливании, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,1 до 0,3 | 0,02 |
| Св. 0,3 » 0,5 | 0,04 |
| » 0,8 | 0,05 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

---

*ПРИЛОЖЕНИЕ*
*Рекомендуемое*

Определяемая потеря массы при прокаливании в водороде является более низкой, чем содержание кислорода, если порошок загрязнен окислами, которые не восстанавливаются в условиях, оговоренных настоящим стандартом (например $SiO_2$, $Al_2O_3$, $CaO$, $MgO$, $TiO_2$), и может быть выше, чем содержание кислорода, если в порошке присутствуют влага, углеводороды и их смеси, а также адсорбированные или абсорбированные металлическим порошком газы, которые удаляются во время нагревания (количество их незначительно).

Потеря массы при прокаливании в водороде может быть выше, если в порошке присутствуют элементы, которые в условиях проведения испытания частично или полностью улетучиваются (S, N, C, P и некоторые летучие металлы, например, свинец, кадмий, цинк), а также, если порошок содержит углерод и окислы, которые могут в условиях проведения испытания восстанавливаться углеродом ($Cr_2O_3$, $MnO$).

Порошки, содержащие марганец, хром и другие элементы, обладающие высоким сродством к кислороду, могут быть окислены во время испытания под влиянием атмосферы или в результате восстановления менее жаростойких окислов. В некоторых случаях это может привести к отрицательной величине потери массы при прокаливании в водороде.

**(Введено дополнительно, Изм. № 2).**

---

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *Л. В. Сницарчук*

Сдано в наб. 08.05.86 Подп. в печ. 01.08.86 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,41 уч.-изд. л. Тираж 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандаров, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 3318.

**Изменение № 3 ГОСТ 18897—73 Порошки металлические. Метод определения потери массы при прокаливании в водороде**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.89 № 3790**

**Дата введения 01.07.90**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «(при массовой доле кислорода от 0,1 до 2,0 %). Для порошков с массовой долей кислорода менее

*(Продолжение см. с. 88)*

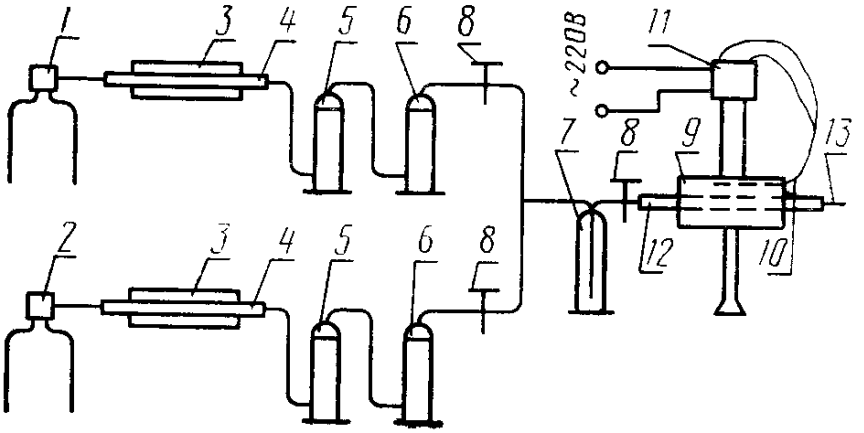
*(Продолжение изменения к ГОСТ 18897—73)*

0,1 % и наличием металлоидов определение кислорода проводят по ГОСТ 27417—87»;

дополнить абзацем (после второго): «Рекомендации по выбору метода определения кислорода в металлических порошках в соответствии с ГОСТ 27417—87».

Раздел 2. Чертеж заменить новым:

*(Продолжение см. с. 89)*




второй абзац. Заменить слова: «электрической трубчатой печи *9* с сопротивлением, разрешающим поддерживать температуру до 1200 °С; термопары платина-платинародиевой *10*; гальванометра *11*» на «электрической печи *9*, позволяющей получать температуру до 1200 °С; системы регулирования с платина-платинародиевой термопарой, обеспечивающей поддержание температур в печи с погрешностью не более указанной в табл. 1»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или другие весы, отвечающие указанным метрологическим характеристикам».

Пункт 4.1. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Массовую долю потери массы порошка при прокаливании определяют для двух параллельных навесок массой 1—10 г каждая. Навеску порошка, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в прокаленную и взвешенную лодочку. Порошок равномерно распределяют в лодочке до получения слоя толщиной не

*(Продолжение см. с. 90)*

более 3 мм. Допускается вместо навески порошка испытывать его прессовку толщиной не более 2 мм пористостью не менее 30 %, изготовленную без применения связки, смазки, увлажнителя и других добавок.

Навески порошка или его прессовки прокаливают в печи одновременно или каждую в отдельности. Для этого печь *9* со вставленной в нее трубой нагревают до температуры, указанной в табл. 1»;

последний абзац. Заменить значение: 0,0002 г на 0,0001 г.

Пункт 5.1. Первый абзац. Исключить слова: «с погрешностью не более 0,01 %»;

дополнить абзацем: «Результаты вычислений округляют до второго десятичного знака».

Пункт 5.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «Абсолютные допускаемые расхождения двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 и абсолютная погрешность записи их среднего арифметического результата указаны в табл. 2»;

таблицу 2 изложить в новой редакции:

Таблица 2

| Потер и массы при прокаливании, % | Абсолютные допускаемые расхождения | Абсолютная погрешность записи среднего арифметического |
|---|---|---|
| | для двух параллельных определений, %, не более | |
| До 0,8 | 0,04 | 0,02 |
| Св. 0,8 | 5 от их среднего арифметического | 0,05 |

(ИУС № 3 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru