ГОСТ 30550—98
(ИСО 4496—78)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Определение содержания нерастворимых в кислотах веществ в порошках железа, меди, олова и бронзы

Издание официальное

БЗ 1—2001

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 150, Институтом проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28 мая 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4496—78 «Порошки металлические. Определение содержания нерастворимого в кислотах остатка в порошках железа, меди, олова, бронзы» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны, которые в тексте выделены курсивом

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 декабря 2000 г. № 384-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30550—98 (ИСО 4496—78) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2001 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 16412.8—91

© ИПК Издательство стандартов, 2001

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 Реактивы 1
4 Аппаратура 2
5 Отбор проб 2
6 Проведение анализа 2
7 Обработка результатов анализа 3
8 Оформление результатов анализа 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Определение содержания нерастворимых в кислотах веществ в порошках железа, меди, олова и бронзы

Metallic powders.
Determination of acid insoluble content in iron, copper, tin and bronze powders

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания нерастворимых в обычных неорганических кислотах неметаллических веществ (*т.е. методы определения массовой доли нерастворимого в кислотах остатка*) в порошках железа, меди, олова и бронзы.

К нерастворимым относят, в основном, вещества, которые считаются нерастворимыми в минеральных кислотах. Такими веществами являются, например, диоксид кремния и силикаты, карбиды, оксид алюминия, глина или другие тугоплавкие оксиды, которые или присутствуют в сырьевых материалах, из которых изготовляют порошки, или вводятся при технологическом процессе.

Методы применимы к металлическим порошкам, которые не содержат смазки. К ним относятся порошки железа, меди, олова, бронзовых сплавов и смесей меди и олова с массовой долей нерастворимого в кислотах остатка не менее 0,03 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2053—77 Натрий сернистый 9-водный. Технические условия
ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4139—75 Калий роданистый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 8864—71 Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11022—95 (ИСО 1171—81) Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности
ГОСТ 23058—89 Желатин-сырье для медицинской промышленности. Технические условия
ГОСТ 23148—98 (ИСО 3954—77) Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 29225—91 (ИСО 1775—75) Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Общие требования и методы испытаний

3 Реактивы

Для анализа используют только аналитически чистые реактивы квалификации не ниже, чем «чистые для анализа» (ч. д. а.), дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или другую воду, не уступающую ей по чистоте.

Натрия сульфид по ГОСТ 2053.
Аммония ацетат по ГОСТ 3117.

Издание официальное

Кислота соляная по ГОСТ 3118.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Калия тиоцианат по ГОСТ 4139.
Водорода пероксид по ГОСТ 10929.
Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864.
Желатин по ГОСТ 23058.

Требования к плотности реактивов и концентрации приготовленных из них растворов для анализа порошков приведены в таблице 1.

Таблица 1

Тип порошка	Реактив	Плотность, г/см³	Концентрация раствора
Железо	Кислота соляная (3.1)	1,19	1:1
	Кислота соляная (3.2)	1,19	1:25
	Калия тиоцинат (3.3)	—	5 %
	Кислота азотная (3.4)	1,42	Концентрированная
	Желатин (3.5)	—	1 %
Медь, олово, бронза	Кислота соляная (3.6)	1,19	Концентрированная
	Кислота азотная (3.7)	1,42	1:1
	Водорода пероксид (3.8)	—	30 %
	Аммония ацетат (3.9)	—	200 г/л
Медь, бронза	Натрия диэтилдитиокарбамат (3.10)	—	4 %
Олово	Натрия сульфид (3.11)	—	—
	Сероводород (3.12)	—	—

4 Аппаратура

4.1 Весы аналитические, обеспечивающие погрешность взвешивания не более 0,0001 г.
4.2 Воронки стеклянные для фильтрования *по ГОСТ 25336.*
4.3 Фильтры бумажные *беззольные «белая лента».*
4.4 Печь (*муфельная*), обеспечивающая работу при температуре от 900 до 1000 °С *по ГОСТ 11022.*
4.5 Тигли фарфоровые *по ГОСТ 29225* или из плавленого кварца предварительно прокаленные до постоянной массы при температуре от 900 до 1000 °С и хранящиеся в эксикаторе.

5 Отбор проб

5.1 Содержание нерастворимых веществ определяют на двух навесках.
5.2 Масса испытываемой навески должна быть не менее 5 г. *Пробу для получения навесок отбирают по ГОСТ 23148.*

6 Проведение анализа

6.1 Порошок железа

6.1.1 Навеску (m_1) массой не менее 5 г, взвешенную с точностью до 0,0001 г, помещают в стеклянный химический стакан.
6.1.2 Осторожно доливают в стакан 100 см³ соляной кислоты (3.1) и накрывают его часовым стеклом. Реакция должна пройти до окончания выделения водорода при комнатной температуре.

Примечание — При необходимости растворения карбидов, являющихся частью нерастворимых веществ, к соляной кислоте (3.1) добавляют 20 см³ азотной кислоты (3.4) и действуют в соответствии с 6.1.2.

Необходимость растворения карбидов должна быть указана в нормативных документах на конкретный порошок.

6.1.3 Раствор нагревают на плитке до кипения и кипятят *до полного растворения навески.* Продолжительность кипения — не менее 1 мин. Затем добавляют 150 см³ горячей воды, снова доводят до кипения и кипятят около1 мин. Раствор охлаждают и отстаивают не менее 5 мин.

Допускается для улучшения выделения осадка добавлять к раствору перед отстаиванием не менее 2 см³ раствора желатина (3.5).

6.1.4 Отфильтровывают раствор через бумажный беззольный фильтр. Осадок на фильтре промывают попеременно горячей водой и горячей соляной кислотой (3.2). Промывание повторяют до прекращения обнаружения в промывной воде солей железа с помощью тиоцианата калия (3.3) (*допускается использование тиоцианата аммония*).

6.1.5 Предварительно прокаленный тигель взвешивают (m_2) с точностью до 0,0001 г и помещают в него фильтр с осадком. Высушивают осадок до обугливания фильтра и прокаливают в печи при температуре от 900 до 1000 °С до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями охлажденного тигля будет не более 0,0001 г.

6.1.6 Взвешивают тигель с осадком (m_3) с точностью до 0,0001 г.

6.2 Порошки олова, меди и бронзы

6.2.1 Навеску (m_1) массой не менее 5 г, взвешенную с точностью до 0,0001 г, помещают в стеклянный химический стакан.

6.2.2 Осторожно доливают в стакан 50 см^3 соляной кислоты (3.6) и накрывают его часовым стеклом. Осторожно выпаривают на плитке содержащийся в стакане раствор не менее 30 мин.

6.2.3 Стакан слегка охлаждают, осторожно прибавляют в него 50 см^3 азотной кислоты (3.7) и ждут начала реакции, которая начинается примерно через 10 мин. После окончания реакции добавляют еще 50 см^3 азотной кислоты (3.7).

6.2.4 Раствор в стакане нагревают до кипения и кипятят до уменьшения объема наполовину.

Примечание — Если выпадает осадок черного цвета, в стакан осторожно добавляют несколько кубических сантиметров пероксида водорода (3.8) и кипятят в течение 2 мин. Обработку пероксидом водорода повторяют до исчезновения черного цвета осадка.

6.2.5 Медленно добавляют в стакан 50 см^3 горячей воды и снова доводят раствор до кипения. Кипятят около 1 мин.

Охлаждают раствор и отстаивают не менее 5 мин.

6.2.6 Отфильтровывают раствор через бумажный фильтр, промывают осадок на фильтре сначала соляной кислотой (3.6), а затем горячей водой.

Промывание водой повторяют:

а) для порошков меди и бронзы — до прекращения обнаружения в промывной воде солей меди, например с помощью диэтилдитиокарбамата натрия (3.10);

б) для порошков олова — до прекращения обнаружения в промывной воде солей олова, например с помощью сульфида натрия (3.11) или сероводорода (3.12).

Примечание — Если в порошке содержится сульфат свинца, осадок необходимо промыть один или два раза горячим раствором ацетата аммония (3.9), а затем водой.

6.2 7 Предварительно прокаленный тигель (m_2) взвешивают с точностью до 0,0001 г и помещают в него фильтр с осадком. Высушивают осадок на плитке до обугливания фильтра и прокаливают в печи при температуре от 900 до 1000 °С пока разность между двумя последовательными взвешиваниями охлажденного тигля будет не более 0,0001 г.

6.2.8 Взвешивают тигель (m_3) с осадком с точностью до 0,0001 г.

7 Обработка результатов анализа

7.1 Содержание нерастворимых в кислотах веществ X, *т.е. массовую долю нерастворимого в кислотах остатка*, % по массе, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_3 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса пустого предварительно прокаленного тигля, г;

m_1 — масса испытываемой навески, г.

7.2 Рассчитывают результаты каждого определения с точностью до 0,01 %.

7.3 Максимально допустимая разность двух определений должна быть не более 10 % от их среднего значения и не более 0,02 % по абсолютной величине от наибольшего из определений.

7.4 Записывают среднее арифметическое двух определений, округляя его до 0,02 %, если содержание нерастворимых веществ равно или менее 0,25 %, и до 0,05 %, если содержимое нерастворимых веществ более 0,25 %.

8 Оформление результатов анализа

Результаты анализа оформляют протоколом, который должен содержать:
- ссылку на настоящий стандарт;
- все необходимые данные для идентификации испытываемой навески (пробы);
- полученные результаты анализа;
- все операции, которые не предусмотрены настоящим стандартом и являются необязательными;
- описание всех факторов, которые могли бы повлиять на результат.

УДК 669—492.2:543.06:006.354 МКС 77.160 В59 ОКСТУ 1790

Ключевые слова: порошок металлический, железо, медь, олово, бронза, анализ химический, содержание

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.04.2001. Подписано в печать 07.05.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 325 экз. С 973. Зак. 483.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru