УДК 669.018.25—131.8 : 546.25.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ

Методы определения свободного углерода

Sintered hardmetals. Methods for the determination of free carbon

ГОСТ 25599.2—83

(СТ СЭВ 2949—81)

ОКП 19 6100

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 января 1983 г. № 291 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический и кулонометрический методы определения свободного углерода при массовой доле его от 0,01 до 3% в твердых спеченных сплавах, твердосплавных карбидных смесях и сложных карбидах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2949—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14339.0—82.

2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на разложении навески пробы в кислотах с *последующим сжиганием осадка свободного углерода в токе кислорода*. Образовавшийся при сжигании углекислый газ вытесняется в сосуд, содержащий поглотительный раствор с определенным начальным значением pH, током кислорода.

Объем титрованного раствора, израсходованный на восстановление исходного значения pH, является пропорциональным содержанию углерода в навеске пробы.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Установка автоматическая потенциометрическая.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание. Август 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

Трубки фарфоровые внутренним диаметром от 20 до 21 мм.

Тигли Гуча.

Колбы Бунзена по ГОСТ 25336—82.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75.

Насос вакуумный.

Шкаф сушильный.

Известь натронная по ГОСТ 6755—73.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, насыщенный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67, 96%-ный раствор.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Бария гидроокись по ГОСТ 4107—78.

Образцы стандартные по п. 2.3.

Раствор поглотительный хлористого бария; готовят следующим образом: 10 г хлористого бария растворяют в 1000 см³ воды. К полученному раствору приливают 15 см³ этилового спирта.

Раствор титрованный гидроокиси бария; готовят следующим образом: насыщенный раствор гидроокиси бария разбавляют в 10 раз водой, предварительно прокипяченной в течение 1 ч и охлажденной до 20°С. Титрованный раствор хранят в бутылях, снабженных трубками с натронной известью. Титр устанавливают по стандартному образцу.

Раствор буферный с pH 9,18, приготовленный из фиксанала 0,01 г·экв раствора тетраборнокислого натрия или растворением 3,81 г реактива в 1000 см³ воды.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40%-ный раствор.

Асбест волокнистый, прокаленный при 1150°С в течение 4 мин.

2.3. Подготовка к анализу

Подготовку к анализу проводят по ГОСТ 25599.1—83.

2.4. Проведение анализа

Навеску массой 1,000 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 2 см³ воды, 2 см³ фтористоводородной кислоты, 8 см³ азотной кислоты и разлагают при нагревании. После разложения пробы и охлаждения раствора фильтруют его через тигель Гуча, на дно которого положен слой асбеста толщиной 10 мм. Платиновую чашку и осадок свободного углерода в тигле Гуча промывают 7—8 раз горячей водой. При фильтровании раствор не должен доходить до краев тигля Гуча на 5—6 мм. Осадок помещают в фарфоровую прокаленную лодочку и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С. Лодочку с осадком вводят в электропечь и сжигают в токе кислорода при (1150±50)°С. После окончания титрования снимают показания с бюретки об объеме израсходованного титрованного раствора.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю свободного углерода ($X_{св}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{св}=\frac{(V-V_0)\cdot T\cdot 100}{m},$$

где V — объем титрованного раствора гидроокиси бария, израсходованный на титрование, см^3;

V_0 — объем титрованного раствора гидроокиси бария, израсходованный на контрольный опыт, см^3;

T — титр раствора гидроокиси бария, выраженный в граммах углерода на 1 см^3;

m — масса навески пробы, г.

2.5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать 0,008%.

3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на разложении навески пробы в кислотах с последующим сжиганием осадка свободного углерода в токе кислорода.

Образовавшаяся двуокись углерода поглощается поглотительным раствором с определенным начальным значением pH.

Количество импульсов электричества, необходимое для восстановления исходного значения pH, является пропорциональным содержанию свободного углерода в навеске пробы.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Аппаратура по п. 2.2, кроме потенциометрического анализатора, вместо которого применяют кулонометрический анализатор.

Образцы стандартные чугун № 23 Ж и карбид вольфрама ОСО—971.

Растворы поглотительный и вспомогательный, которые готовят в соответствии с инструкцией к используемой кулонометрической установке.

Спирт этиловый ректификованный, 96%-ный по ГОСТ 5962—67.

3.3. Подготовка к анализу

Подготовку к анализу проводят по ГОСТ 25599.1—83.

3.4. Проведение анализа

Анализ проводят по п. 2.4, только вместо объема титрованного раствора снимают показания счетчика импульсов.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю свободного углерода ($X_{св}$) в процентах определяют на цифровом или стрелочном индикаторе анализатора.

3.5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.5.2.

Изменение № 1 ГОСТ 25599.2—83 Сплавы твердые спеченные. Методы определения свободного углерода

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.88 № 1184

Дата введения 01.01.89

Вводную часть после слов «карбидных смесях» дополнить словом: «простых».

Пункт 2.2. Заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87.

Пункты 2.3, 2.4 изложить в новой редакции: «2.3. Подготовка к анализу.

Лодочки прокаливают в токе кислорода при 1300—1350 °С в течение 3 мин.

Устанавливают расход кислорода до 700 $см^3$/мин.

Для проведения градуировки сжигают стандартный образец и измеряют объем титрованного раствора, израсходованный на восстановление исходного значения pH.

2.4. Проведение анализа

Навеску массой 0,5—1,0 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 5 $см^3$ воды, 5—10 $см^3$ фтористоводородной кислоты, 5—15 $см^3$ азотной кислоты и разлагают при нагревании. После разложения пробы и охлаждения раствора, его фильтруют через тигель Гуча, на дно которого положен слой прокаленного асбеста толщиной 10 мм. Платиновую чашку и осадок свободного углерода в тигле Гуча промывают 7—8 раз горячей водой. При фильтровании раствор не должен доходить до краев тигля Гуча на 5—6 мм. Осадок помещают в фарфоровую прокаленную лодочку и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С.

[illegible] пользовать фильтрацию растворенной пробы через пористую керамику».

gost.e-ecolog.ru

Пункт 3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87.

(ИУС № 7 1988 г.)