

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25599.1-83—ГОСТ 25599.4-83
(СТ СЭВ 2948-81—СТ СЭВ 2951—81)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.018.25—131.8 : 546.25.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ

Методы определения общего углерода

Sintered hardmetals. Methods for the determination of total carbon

ГОСТ 25599.I—83

(СТ СЭВ 2948—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 газообъемный, потенциометрический и кулонометрический методы определения общего углерода при массовой доле от 3 до 20% в твердых спеченных сплавах, твердосплавных карбидных смесях и сложных карбидах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2948—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании пробы в токе кислорода с последующим поглощением образующейся двуокиси углерода раствором гидроокиси калия. Содержание углерода определяют по разности между первоначальным объемом смеси газов (CO_2+O_2) и объемом газа, полученного после поглощения углерода раствором гидроокиси калия.

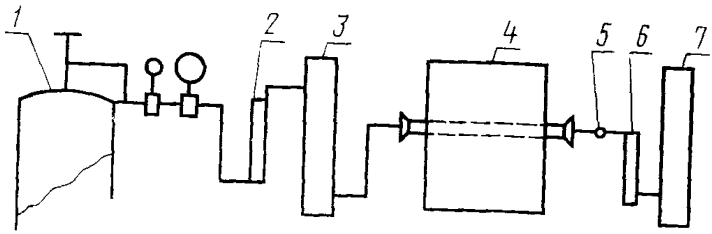
Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Переиздание Август 1984 г

© Издательство стандартов, 1985

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Установка для определения углерода газообъемным методом (черт. 1).



1—стальной баллон с кислородом, снабженный редукционным вентилем; *2*—ротаметр; *3*—промывная склянка, заполненная аскаритом; *4*—печь сопротивления с карбид-кремниевыми нагревателями, обеспечивающими нагревание печи до (1350±50) °С; *5*—пылевой фильтр, представляющий собой стеклянную трубку с шаровидным утолщением, заполненную ватой; *6*—стеклянная трубка, заполненная гранулированной двуокисью марганца; *7*—газообъемный анализатор на углерод с эвдиометром на 4,5%

Черт. 1

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Трубки фарфоровые внутренним диаметром от 20 до 21 мм.

Гидроокись калия, 40%-ный раствор.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64.

Марганца двуокись.

2.3. Подготовка к анализу

Перед началом анализа установку приводят в рабочее состояние. Для этого при помощи пробок и резиновых трубок промывные склянки и газоанализатор соединяют с трубчатой печью, а затем проверяют все соединения установки на герметичность.

Расход кислорода — 300 $см^3$/мин.

Устанавливают температуру печи от 1250 до 1350°С.

Лодочки прокаливают в токе кислорода при температуре от 1300 до 1350°С в течение 3—4 мин.

2.4. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли общего углерода берут навеску в соответствии с табл. 1, помещают в прокаленную фарфоровую лодочку и со стороны поступления кислорода вводят в трубчатую печь для сжигания.

Таблица 1

Массовая доля общего углерода, %	Масса навески пробы, г
От 3 до 6,5	0,250
Св. 6,5 » 10	0,150
» 10 » 20	0,100

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю общего углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(A-A_1)\cdot K}{m},$$

где A — показание шкалы эвдиометра, соответствующее массовой доле углерода в пробе, %;

A_1 — показание шкалы эвдиометра, соответствующее массовой доле углерода в контрольном опыте, %;

K — поправочный коэффициент на температуру и давление по ГОСТ 22536.1—77;

m — масса навески пробы, г.

2.5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля общего углерода, %	Допускаемые расхождения, %
От 3 до 6,5	0,06
Св. 6,5 » 10	0,07
» 10 » 20	0,10

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

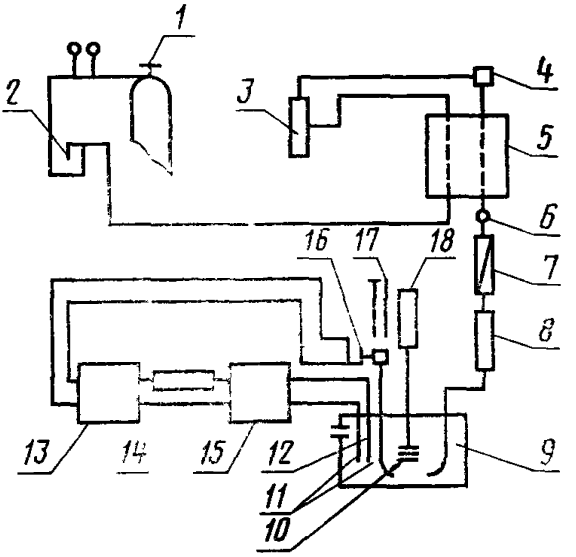
3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании пробы в токе кислорода, образовавшаяся двуокись углерода поглощается поглотительным раствором с определенным начальным значением pH.

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

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Установка для определения содержания углерода потенциометрическим методом (черт. 2).



1—стальной баллон с кислородом и редукционным вентилем; *2*—ротаметр; *3*—промывная склянка, заполненная аскаритом; *4*—загрузочный затвор или пробка, *5*—двухтрубчатая печь сопротивления с карбид-кремниевыми нагревателями, обеспечивающими нагрев печи до (1350±50) °С, *6*—пылевой фильтр; *7*—капиллярный дроссель, создающий давление газа в печи 5 кРа; *8*—стеклянная трубка, заполненная гранулированной двуокисью марганца; *9*—поглотительный сосуд вместимостью от 300 до 400 см³ и высотой от 15 до 16 см; *10*—мешалка; *11*—электродная система, которая состоит из электродов измерительного (стеклянного) и вспомогательного (любого проточного хлорсеребряного), *12*—капельница для ввода в ячейку титранта; *13*—блок автоматического титрования; *14*—нормальный элемент; *15*—рН-метр; *16*—магнитный клапан или бюретка-дозатор; *17*—бюретка вместимостью от 10 до 25 см³; *18*—электродвигатель

Черт. 2

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Трубки фарфоровые внутренним диаметром от 20 до 21 мм.

Известь натронная по ГОСТ 6755—73.

Калий хлористый насыщенный раствор по ГОСТ 4234—77.

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

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Бария гидроокись по ГОСТ 4107—78.

Стандартный образец чугуна 23Ж; допускается использовать отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315—78.

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, 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.

3.3. Подготовка к анализу

pH-метр настраивают по прилагаемой к нему инструкции. Электродную систему настраивают по буферному раствору.

К выходу pH-метра подключают блок автоматического титрования через последовательно включенный нормальный элемент.

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

В поглотительную ячейку наливают от 250 до 300 см³ поглотительного раствора, который после проведения анализа не более 50 проб следует заменить на новый. Устанавливают расход кислорода до 700 см³/мин.

Включают блок автоматического титрования на титрование и доводят pH до 10.

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

3.4. Проведение анализа

В зависимости от ожидаемого содержания общего углерода берут навеску пробы в соответствии с табл. 3, помещают в прокаленную фарфоровую лодочку, вводят в трубчатую печь и включают автоматическое титрование. После окончания титрования снимают показания с бюретки об объеме израсходованного титрованного раствора. Для контроля правильности результатов необходимо сжигать стандартный образец через каждые три пробы.

Таблица 3

Массовая доля общего углерода, %	Масса навески пробы, г
От 3 до 6,5	0,10
Св. 6,5 » 10	0,05

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю общего углерода ($X_{общ}$) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем титрованного раствора гидроокиси бария, израсходованный на титрование, см³;

V_0 — объем титрованного раствора гидроокиси бария, израсходованный на контрольный опыт, см³;

T — титр раствора гидроокиси бария, выраженный в граммах углерода на 1 см³ раствора;

m — масса навески пробы, г.

3.5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании пробы 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 общего углерода в навеске пробы.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Образцы стандартные по п. 3.2.

Растворы поглотительный и вспомогательный.

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

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Подготовка к анализу по п. 3.3. Анализатор настраивают по прилагаемой к нему инструкции.

4.4. Проведение анализа

Анализ проводят по п. 3.4, только вместо установки для автоматического титрования подключают кулонометрический анализатор. Анализ считают законченным, если показания прибора за 1 мин изменяются на величину, не превышающую величину холостого счета прибора.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю общего углерода ($X_{общ}$) в процентах определяют на цифровом или стрелочном индикаторе анализатора.

4.5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 25599.1—83 Сплавы твердые спеченные. Методы определения общего 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 слова «потенциометрический» дополнить словом: «инфракрасный»; после слов «карбидных смесях» дополнить словом: «простых».

Пункт 2.2. Исключить ссылку на ГОСТ 10816—64; после слов «40 %-ный раствор» дополнить словами: «по ГОСТ 24363—80»;

дополнить абзацем: «Спирт этиловый ректификованный технический — по ГОСТ 18300—87».

Пункт 2.3 дополнить абзацем: «Образцы проб очищают от загрязнения, промывая в 5—10 $см^3$ спирта».

Пункт 3.2. Заменить ссылки: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 14263—81 на ГОСТ 8.315—78.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Кулонометрический анализатор.

Лодочки фарфоровые — по ГОСТ 9147—80.

Трубки фарфоровые с внутренним диаметром от 20 до 21 мм.

Спирт этиловый ректификованный технический — по ГОСТ 18300—87.

Калий хлористый — по ГОСТ 4234—77.

Калий железосинеродистый — по ГОСТ 4207—75.

Кислота борная — по ГОСТ 9656—75.

Стронций хлористый, 6-водный по ГОСТ 4140—74.

Стандартные образцы, отраслевые и стандартные образцы предприятия, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315—78».

Пункт 4.3.1. Исключить слова: «Подготовка к анализу по п. 3.3»;

дополнить абзацем: «Образцы проб очищают от загрязнения, промывая в 5—10 $см^3$ спирта».

Пункт 4.4 изложить в новой редакции: «4.4. Проведение анализа

Навеску берут в соответствии с табл. 3, помещают в прокаленную лодочку, вводят в трубку сжигания и закрывают трубку. Анализ считается законченным, если показание прибора за 1 мин изменяется на величину, не превышающую величину холостого счета прибора.

Для контроля правильности результатов необходимо сжигать стандартный образец через каждые девять определений.

Таблица 3

Массовая доля углерода, %	Масса навески пробы, г
От 3,0 до 5,0	0,500
Св. 5,0 » 7,0	0,300
» 7,0 » 12,0	0,200
» 12 » 20,0	0,100

Пункт 4.5.1. Исключить слова: «или стрелочном».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Метод ИК-спектроскопии

5.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании пробы в атмосфере кислорода в индукционной печи. Образовавшийся CO_2 усредняется в закрытой замкнутой системе и по ИК-детектору определяется процентное содержание CO_2.

При отсутствии CO_2 ИК-детектор получает максимальную энергию.

5.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор ИК.

Стандартные образцы по п. 4.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

5.3. Подготовка к анализу

5.3.1. Анализатор настраивают по инструкции к прибору.

5.3.2. Образцы проб очищают от загрязнения, промывая в 5—10 $см^3$ спирта.

5.4. Проведение анализа

Анализ проводят в зависимости от типа анализатора.

Массовую долю общего углерода в процентах определяют на дисплее.

5.5. Обработка результатов

Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 7 1988 г.)