МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ СЕДИМЕНТАЦИОННОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 7—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669—492.2:543.251:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы седиментационного анализа

ГОСТ 22662—77

Metal powders.
Methods of sedimentation analysis of powders

ОКСТУ 1790

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает весовой метод седиментации и метод фотоседиментации для определения гранулометрического состава металлических порошков со сферической и полиэдрической формой частиц размером от 0,5 до 40 мкм. За размер частицы полиэдрической формы принимают диаметр сферы объемом, равным объему частицы (диаметр по Стоксу). Методы основаны на определении массовой доли частиц различных размеров этого порошка по скоростям их оседания в вязкой жидкости при ламинарном движении частиц.

Стандарт не устанавливает методы определения гранулометрического состава смесей порошков различных металлов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Пробу для испытаний массой не менее 50 г отбирают по ГОСТ 23148 и высушивают в условиях, не допускающих окисления.

1.2. Для удаления крупных частиц высушенную пробу для испытаний просеивают через сито № 0040 с сеткой по ГОСТ 6613.

1.3. Пробу для седиментационного анализа берут в количестве, необходимом для приготовления суспензии с объемной долей порошка не более 0,4 %.

Пробу взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г.

2. МЕТОД ВЕСОВОЙ СЕДИМЕНТАЦИИ

2.1. Сущность метода

При весовой седиментации определяют скорость оседания частиц по скорости накопления осадка порошка, оседающего из суспензии. Для этого в течение анализа непрерывно или через определенные промежутки времени взвешивают осадок и получают зависимость массы осадка от времени оседания. Полученная зависимость является основанием для расчета массовой доли частиц разных размеров.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 2001

2.2. Аппаратура и реактивы

Весы седиментационные, регистрирующие конечную массу осадка с погрешностью не более 3 % (черт. 1).

Сито с сеткой № 0040 по ГОСТ 6613.

Весы по ГОСТ 24104.

Пикнометр ПЖМ2 по ГОСТ 22524.

Водоструйный или вакуумный насос.

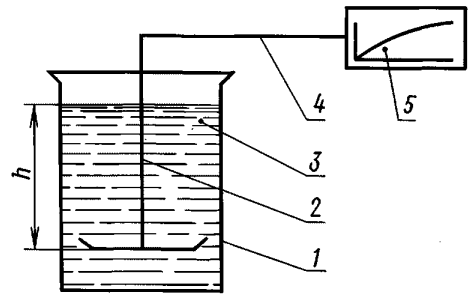
Фарфоровая чашечка по ГОСТ 9147.

Стеклянная палочка.

Термометр по ГОСТ 28498.

Секундомер.

Дисперсионная жидкость.



1 — стеклянная кювета; *2* — стержень с чашечкой весов; *3* — суспензия порошка; *4* — коромысло весов; *5* — блок регистрации и записи массы осадка; *h* — высота оседания частиц порошка

Черт. 1

Дисперсионная жидкость должна образовывать с порошком агрегативно устойчивые суспензии и удовлетворять следующим требованиям:

должна хорошо смачивать порошок;

не должна химически взаимодействовать с веществом порошка;

не должна быть ядовитой;

плотность и вязкость должны быть такими, чтобы обеспечивались условия ламинарного движения самых крупных частиц порошка и чтобы время всего анализа не превышало 6 ч.

Состав дисперсионных жидкостей приведен в приложении.

Для обеспечения ламинарного движения самых крупных частиц порошка должно соблюдаться следующее неравенство:

$$\frac{d^3 g (\gamma_т - \gamma_ж) \gamma_ж}{18\eta^2} \leq 0{,}2, \tag{1}$$

где d — максимальный размер частиц анализируемого порошка, см;

g — ускорение свободного падения, см/с^2;

$\gamma_т$ — пикнометрическая плотность частиц порошка, г/см^3;

$\gamma_ж$ — плотность жидкости, г/см^3;

η — вязкость жидкости, Па·с, ориентировочное значение которой вычисляют по формуле

$$\eta \geq 18{,}1 \cdot d\,[d\,\gamma_ж(\gamma_т - \gamma_ж)]^{1/2}. \tag{2}$$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Определение зависимости между размером частицы и временем ее оседания в жидкости*

Время оседания частицы в жидкости (t) в секундах вычисляют из уравнения Стокса по формуле

$$t = \frac{18\,\eta\,h}{g\,(\gamma_т - \gamma_ж)\,d^2}, \tag{3}$$

где η — вязкость жидкости, Па·с;

h — высота оседания, см;

g — ускорение свободного падения, см/с^2;

$\gamma_т$ — пикнометрическая плотность порошка, г/см^3;

$\gamma_ж$ — плотность жидкости, г/см^3;

d — диаметр частиц, см.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. *Определение плотности дисперсионной жидкости и пикнометрической плотности порошка*

Взвешивают чистый высушенный пикнометр вместимостью 25 см^3, затем наполняют его на одну треть порошком и вновь взвешивают. Постепенно приливают в пикнометр дисперсионную жидкость, интенсивно перемешивают, встряхивая получающуюся суспензию.

С помощью водоструйного или вакуумного насоса удаляют остатки воздуха из суспензии. Доливают жидкость до метки на пикнометре и взвешивают пикнометр с суспензией. Опорожняют пикнометр, наполняют его до метки дисперсионной жидкостью и взвешивают пикнометр с жидкостью.

Во время взвешивания температура жидкости в пикнометре должна равняться температуре, при которой будет проводиться седиментационный анализ.

Плотность дисперсионной жидкости ($\gamma_ж$) в г/см^3 вычисляют по формуле

$$\gamma_{ж} = \frac{m_2 - m_1}{V}, \quad (4)$$

где m_1 — масса пустого пикнометра, г;

m_2 — масса пикнометра с жидкостью, г;

V — объем пикнометра, см^3.

Пикнометрическую плотность частиц порошка ($\gamma_т$) в г/см^3 вычисляют по формуле

$$\gamma_т = \frac{(m_3 - m_1)\,\gamma_{ж}}{m_3 - m_1 - m_4 + m_2}, \quad (5)$$

где m_1 — масса пустого пикнометра, г;

m_2 — масса пикнометра с жидкостью, г;

m_3 — масса пикнометра с порошком, г;

m_4 — масса пикнометра с порошком и жидкостью, г;

$\gamma_{ж}$ — плотность дисперсионной жидкости, г/см^3.

Взвешивания проводят с погрешностью не более 0,001 г.

Разница между результатами двух параллельных определений для плотности жидкости не должна быть более 0,005 г/см^3, для плотности порошка — 0,05 г/см^3.

Вычисление плотности жидкости проводят с погрешностью не более 0,001 г/см^3 и плотности порошка — с погрешностью не более 0,01 г/см^3.

За результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

2.3.3. Значение вязкости дисперсионной жидкости должно быть выражено с погрешностью не более 0,1 мПа·с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.4. Высота оседания определяется как расстояние от верхнего края суспензии до плоскости измерения с погрешностью не более 0,5 см (см. черт. 1). Если в течение анализа высота меняется более чем на 1 см, то это необходимо учитывать в расчетах по формуле (3).

2.4. Проведение анализа

2.4.1. *Приготовление суспензии порошка*

Пробу для седиментационного анализа помещают в фарфоровую чашечку. Приливают дисперсионную жидкость до консистенции густой пасты. Полученную пасту растирают стеклянной палочкой не менее 2 мин, не допуская измельчения отдельных частиц порошка, а затем разбавляют дисперсионной жидкостью и переносят в кювету. Доводят объем суспензии до необходимого значения и перемешивают мешалкой от 1 до 5 мин, не допуская образования пузырьков. По окончании перемешивания порошок должен быть равномерно распределен по высоте кюветы.

2.4.2. После перемешивания мешалку извлекают из кюветы и погружают в кювету чашечку весов. Время установки кюветы в гнездо прибора не должно превышать 15 с.

2.4.3. Время оседания частиц должно регистрироваться автоматически или визуально.

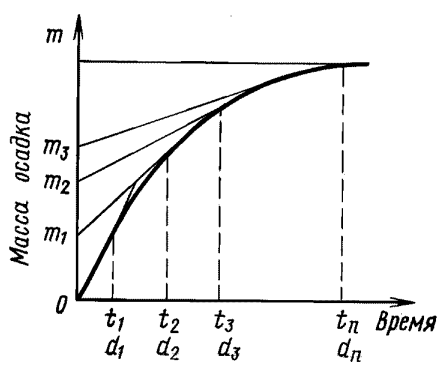
Если время оседания частиц регистрируется неавтоматически, то измерения массы осадка следует проводить через 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 45,0; 60,0; 70,0; 90,0; 120 мин.

2.4.4. Строят график зависимости массы осадка m от времени оседания t. Перегибы на седиментационной кривой не допускаются и свидетельствуют об ошибках в проведении анализа.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. *Построение графика*

По формуле (3) рассчитывают время (t) оседания частиц порошка диаметрами d_1, d_2, $d_3 \ldots d_n$, где d_1, d_2, $d_3 \ldots d_n$ — размеры частиц, ограничивающие выбранные классы. Классы крупности частиц устанавливают так, чтобы средние диаметры классов, начиная с минимального, подчинялись геометрической прогрессии. Допускается равномерная разбивка на классы. Количество классов должно быть не менее 5.



Черт. 2

Вычисленные значения времени (t) откладывают по оси абсцисс. Из этих точек восстанавливают перпендикуляры к оси абсцисс до пересечения с седиментационной кривой. В точках пересечения проводят касательные к седиментационной кривой до пересечения с осью ординат. Если начальный участок кривой прямолинейный, то его продлевают и из точки отрыва опускают перпендикуляр на ось абсцисс. Для получения значения t_1 рассчитывают значение диаметра d_1. Горизонтальный участок кривой продлевают влево до пересечения с осью ординат (точка m). Схема этих действий представлена на черт. 2. Длина отрезка на оси ординат является мерой доли

фракции порошка. Длина отрезка $0m$ пропорциональна массе всех частиц, осевших на чашечку, и соответствует 100 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5.2. Результаты графического анализа записывают в виде табл. 1.

Таблица 1

Класс крупности частиц, мкм	Длина отрезка на оси ординат, мм	Массовая доля, %
$d_1—d_2$	m_1	m_1/m
$d_2—d_3$	$m_2—m_1$	$m_2—m_1/m$
. . .	. . .	. . .
$d_n—d_{n+1}$	$m_n—m_{n-1}$	$m_n—m_{n-1}/m$
Всего	m	100

2.5.3. Анализ порошка проводят не менее двух раз. Отклонение результатов параллельных определений не должно превышать 10 % от среднего арифметического значения. За конечный результат принимают среднее арифметическое значение параллельных определений.

2.5.4. Результаты анализа оформляют в виде протокола, который должен содержать следующие данные:

наименование порошка;
наименование дисперсионной жидкости;
плотность дисперсионной жидкости;
пикнометрическую плотность порошка;
температуру анализа;
вязкость дисперсионной жидкости;
высоту оседания;
результаты анализа.

2.5.5. Весовой метод применяется при разногласиях в оценке качества металлических порошков.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ФОТОСЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

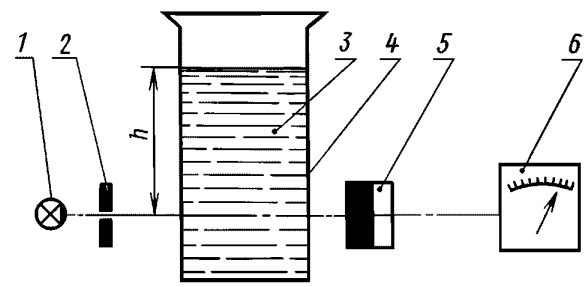
При фотоседиментационном анализе скорость оседания частиц определяют по скорости изменения оптической плотности суспензии порошка. Оптическую плотность фиксируют непрерывно или через определенные промежутки времени по фотоэлектродвижущей силе или фототоку, возникающему в фотоэлементе от светового потока, прошедшего через суспензию. Полученная в результате анализа зависимость фотоэлектродвижущей силы (фототока) от времени оседания является основанием для расчета массовой доли частиц разных размеров.

3.2. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы — по п. 2.2 за исключением седиментационных весов со следующим дополнением:

Фотоседиментометр, регистрирующий изменения оптической плотности суспензии с погрешностью не более 3 %.

Схема фотоседиментометра представлена на черт. 3.



1 — источник света; *2* — диафрагма; *3* — суспензия порошка; *4* — стеклянная кювета; *5* — фотоэлемент; *6* — блок регистрации и записи фотоэлектродвижущей силы (фототока); *h* — высота оседания частиц порошка

Черт. 3

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Подбор дисперсионной жидкости и подготовку к проведению анализа проводят по пп. 2.2 и 2.3.

3.4. Проведение анализа

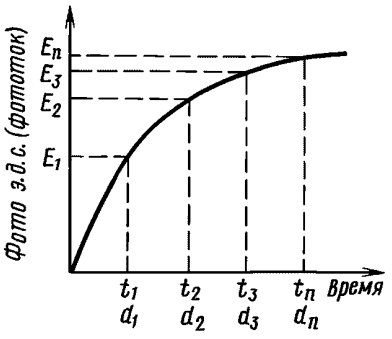
3.4.1. Приготовление суспензии порошка проводят по п. 2.4.1.

3.4.2. После перемешивания суспензии мешалку извлекают и устанавливают кювету в гнездо фотоседиментометра. Первый отсчет оптической плотности следует проводить после успокоения суспензии через 15—20 с от начала оседания.

3.4.3. Время оседания частиц регистрируют так же, как в п. 2.4.3.

3.4.4. Строят график зависимости фотоэлектродвижущей силы (фототока) от времени оседания. Перегибы на кривой не допускаются.

3.5. Обработка результатов



Черт. 4

3.5.1. *Построение графика*

Рассчитывают время оседания частиц порошка диаметрами d_1, d_2, d_3,.., d_n в соответствии с п. 2.5.1. Полученные значения времени (t) откладывают по оси абсцисс зависимости фотоэлектродвижущей силы (фототока) от времени оседания. Число рассчитанных значений должно быть не менее 5. Из этих точек восстанавливают перпендикуляры к оси абсцисс до пересечения с седиментационной кривой и находят ординаты точек пересечения. Схема этих действий представлена на черт. 4.

3.5.2. Результаты определений записывают в виде табл. 2.

3.5.3. Оценку результатов анализа проводят по п. 2.5.3.

3.5.4. Результаты анализа оформляют в виде протокола по п. 2.5.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 2

Класс крупности частиц, мкм	Средний размер частиц класса, мкм	Показания прибора, %	$\lg E$	$\lg E_{n+1} - \lg E_n$	$\bar{d}_n(\lg E_{n+1} - \lg E_n)$	Массовая доля, %
$d_1 - d_2$	$\bar{d}_1$	E_1	$\lg E_1$	$\lg E_2 - \lg E_1$	$\bar{d}_1 (\lg E_2 - \lg E_1)$	$\frac{\bar{d}_1 (\lg E_2 - \lg E_1)}{\Sigma \bar{d}_n (\lg E_{n+1} - \lg E_n)}$
$d_2 - d_3$	$\bar{d}_2$	E_2	$\lg E_2$	$\lg E_3 - \lg E_2$	$\bar{d}_2 (\lg E_3 - \lg E_2)$	
$d_3 - d_4$	$\bar{d}_3$	E_3	$\lg E_3$	$\lg E_4 - \lg E_3$	$\bar{d}_3 (\lg E_4 - \lg E_3)$	
. . .	. . .	. . .	. . .	. . .	. . .	
$d_n - d_{n+1}$	$\bar{d}_n$	E_n	$\lg E_n$	$\lg E_0 - \lg E_n$	$\bar{d}_n (\lg E_0 - \lg E_n)$	$\frac{\bar{d}_n (\lg E_{n+1} - \lg E_n)}{\Sigma \bar{d}_n (\lg E_{n+1} - \lg E_n)}$
Чистая дисперсионная жидкость		$E_0 = 100$ %	$\lg E_0$		$\Sigma \bar{d}_n (\lg E_{n+1} - \lg E_n)$	

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

1. СОСТАВ И СВОЙСТВА ДИСПЕРСИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ

1.1. Для металлических порошков лучшими дисперсионными жидкостями являются органические жидкости.

1.2. Некоторые жидкости приведены в табл. 1.

Таблица 1

Порошок	Дисперсионная жидкость
Алюминий	Водный раствор олеата натрия с массовой долей 0,2 %; водный раствор моющего средства ОП-7 (0,075 г/л); этиловый спирт
Вольфрам	Растворы масла в ацетоне; этиловый спирт; растворы глицерина в воде или этиловом спирте; водный раствор гексаметафосфата натрия с массовой долей 0,01 %; циклогексанон
Железо	Масло соевое и ацетон в соотношении 1:1
Кобальт	Этиловый спирт
Магний	Этиловый спирт
Медь, бронза	Бутиловый спирт, ацетон, соевое масло, циклогексанон
Молибден	Ацетон, этиловый спирт, раствор глицерина в этиловом спирте, циклогексанон
Никель	Растворы толуола в машинном или веретенном масле, циклогексанон
Олово	Бутиловый и изоамиловый спирты
Цинк	Бутиловый спирт, водный раствор ГМФ с массовой долей 0,2 %; 0,01 н. раствор соляной кислоты в метиловом спирте

1.3. Свойства некоторых дисперсионных жидкостей приведены в табл. 2.

Таблица 2

Вещество	Плотность, г/см^3, при температуре, °С			Вязкость, мПа·с, при температуре, °С		
	15	20	25	15	20	25
Ацетон	—	0,792	—	0,340	0,325	0,308
Бензол	0,8830	0,8790	0,8750	0,698	0,649	0,604
Вода	0,9992	0,9982	0,9971	1,140	1,005	0,894
Спирты:						
изоамиловый	—	0,816	—	—	5,800	5,040
бензиловый	—	1,05	—	—	5,800	5,050
бутиловый	—	0,808	0,806	3,379	2,950	2,510
метиловый	0,799	0,795	0,791	0,623	0,598	0,547
этиловый	0,794	0,789	0,785	1,332	1,200	1,096
Толуол	0,870	0,864	0,859	0,625	0,585	0,550
Циклогексанол	—	0,962	—	97,000	68,000	52,000
Четыреххлористый углерод	1,607	1,593	1,584	1,038	0,969	0,906

1.4. Плотность и вязкость водных растворов глицерина приведена в табл. 3.

Таблица 3

Глицерин, %	Плотность, г/см^3	Вязкость, мПа·с, при температуре, °С		
		20	25	30
0	0,9982	1,021	0,907	0,800
5	1,0118	1,143	1,010	0,900
10	1,0237	1,311	1,153	1,024
15	1,0360	1,517	1,331	1,174
20	1,0484	1,769	1,542	1,360
25	1,0611	2,095	1,810	1,590

Продолжение таблицы 3

Глицерин, %	Плотность, г/см^3	Вязкость, мПа·с, при температуре, °С		
		20	25	30
30	1,0739	2,501	2,157	1,876
35	1,0871	3,040	2,600	2,249
40	1,1004	3,750	3,181	2,731
45	1,1138	4,715	3,967	3,380
50	1,272	6,050	5,041	4,247
55	1,1409	7,997	6,582	5,494
60	1,1546	10,960	8,823	7,312
65	1,1683	15,540	12,360	10,020
70	1,1821	22,940	17,960	14,320
75	1,1956	36,460	27,730	21,680
80	1,2092	62,000	45,860	34,920
85	1,2225	112,900	81,500	60,050
90	1,2358	234,600	163,600	115,300
95	1,2491	545,000	366,000	248,800
100	1,2620	1499,000	945,000	624,000

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Академией наук Украинской ССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета Совета Министров СССР от 11.08.77 № 1950

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 6613—86	1.2; 2.2	ГОСТ 23148—98	1.1
ГОСТ 9147—80	2.2	ГОСТ 24104—88	2.2
ГОСТ 22524—77	2.2	ГОСТ 28498—90	2.2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ (май 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1983 г., июне 1988 г. (ИУС 12—83, 9—88)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.06.2001. Подписано в печать 18.07.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 181 экз. С 1576. Зак. 706.

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