ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

ГОСТ 18317—73

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Институтом проблем материаловедения АН УССР

Директор **Францевич И. Н.**
Руководители темы: **Скороход В. В., Уварова И. В.**
Исполнители: **Уварова И. В., Несмачный Ю. М., Симонович М. М., Васильева С. Н.**

ВНЕСЕН Академией наук УССР

Вице-президент АН УССР **Белодед И. К.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ
Отделом металлургии Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР

Начальник отдела **Федин Б. В.**
Инженер **Васильева Р. А.**

Отделом металлургии Всесоюзного научно-исследовательского института стандартизации (ВНИИС)

Зав. отделом **Степанов А. В.**
Ст. инженер **Усова Л. В.**

УТВЕРЖДЕН Государственным комитетом стандартов Совета Министров СССР 17 ноября 1972 г. (протокол № 169)

Председательствующий на отраслевой научно-технической комиссии **Бергман В. П.**
Члены комиссии: **Доляков В. Г., Златкович Л. А., Климов Г. Н., Федин Б. В., Баранов Н. Н.**

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 5 января 1973 г. № 12

УДК 669-492.2:546.212.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения содержания воды

Metal powders. Method for the determination of water content

ГОСТ 18317—73

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 5 января 1973 г. № 12 срок действия установлен

с 01.01.1974 г.
до 01.01. 1979 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на металлические порошки и устанавливает метод определения содержания воды электрометрическим титрованием реактивом Фишера.

Стандарт не распространяется на металлические порошки, поверхность которых покрыта органическими веществами, разлагающимися при температуре до 200°С с выделением воды и, реагирующие с водой при нагреве в инертной атмосфере до 200°С.

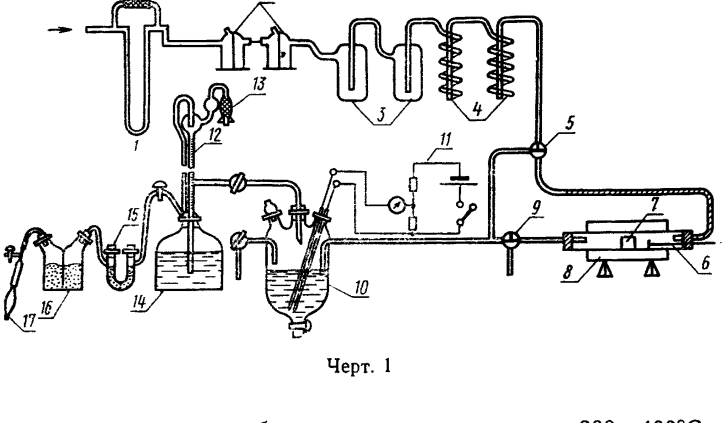
Метод основан на взаимодействии воды, содержащейся в металлических порошках, с реактивом Фишера путем отгонки ее инертным газом при прокаливании порошков при температуре 200°С.

Метод определения содержания воды электрометрическим титрованием с помощью реактива Фишера является арбитражным. В стандарте учтены требования рекомендации СЭВ по стандартизации РС 2451—70.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения содержания воды путем электрометрического титрования реактивом Фишера (черт. 1).

Установка состоит из следующих элементов: стеклянного лабораторного реометра *1* по ГОСТ 9932—61; двух склянок для промывания газов *2* по ГОСТ 10378—63, наполненных концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204—66; адсорберов *3* с предварительно прокаленным при 200°С активированным углем; спиралеобразных ловушек *4* с силикагелем по ГОСТ 3956—54, пропитанным 5%-ным



Черт. 1

раствором хлористого кобальта и прокаленным при 300—400°С до синего цвета; трехходового крана *5* по ГОСТ 7995—68 с двумя положениями:

А — ⊢ — ток инертного газа направлен в кварцевую трубку *6*;

В — ⊢ — ток инертного газа направлен непосредственно в титровальный сосуд, минуя кварцевую трубку;

кварцевой трубки *6*, длиной 400 мм и диаметром 30—35 мм, в которую помещают никелевые лодочки *7*; трубчатой печи с нихромовым нагревателем *8*, рассчитанной на температуру до 300°С; трехходового крана *9* с двумя положениями:

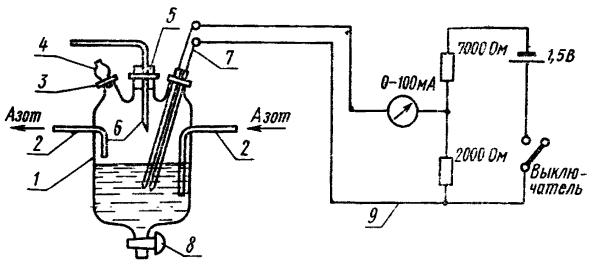
А — ⊥ — ток инертного газа направлен в титровальный сосуд;

В — ⊥ — ток инертного газа направлен в атмосферу;

сосуда для титрования *10* вместимостью от 300 до 400 мл, схема которого приведена на черт. 2; электрической схемы *11* для контроля за ходом титрования; микробюретки 12 типа II по ГОСТ 1770—64 вместимостью 25 мл, снабженной для защиты от атмосферной влаги хлоркальциевой трубкой *13* по ГОСТ 9964—71; склянки *14* с реактивом Фишера вместимостью 2000 мл; U-образной трубки *15* по ГОСТ 9964—71, наполненной окрашенным и осушенным силикагелем; склянки *16* для промывания газов по ГОСТ 10378—63 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204—66; резиновой груши *17*.

Титровальный сосуд (черт. 2) состоит из следующих элементов: стеклянной колбы *1* объемом 300—400 мл; крана для слива жидкости *8*; трубок *2* для входа и выхода инертного газа, впаяных в колбу; шлифа *3* типа А 29 с осушительной трубкой *4* или с притертой заглушкой; пробки *5*, в отверстие которой вставляют притертую насадку с капилляром *6*, оттянутым на необходимую длину. К насадке присоединяют сливную трубку микробюретки типа II по

ГОСТ 1770—64; платиновых электродов 7. Электроды впаивают в стеклянную трубку, пришлифованную к отверстию в титровальном сосуде. Электроды должны располагаться вблизи дна сосуда; электрической схемы 9 для указания хода титрования, состоящей из аккумулятора напряжением 1,5 В, двух сопротивлений на 2000 и 7000 Ом, выключателя и гальванометра такой чувствительности, чтобы полное отклонение по шкале происходило при токе не более 100 мА.



Черт. 2

Титровальный сосуд работает при объеме раствора не менее 60 мл. Раствор должен полностью покрывать платиновые электроды.

При конструировании прибора следует обратить внимание на то, чтобы избежать избыточного («мертвого») пространства в районе слива.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—64 вместимостью 50 и 100 мл.

Пипетки по ГОСТ 1770—64 типа I вместимостью 5 и 10 мл.

Капельницы стеклянные лабораторные по ГОСТ 9876—61 типа II.

Реактив Фишера, приготовленный по методике, описанной в п. 2.3.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—67, х. ч., абсолютированный, приготовленный по методике, описанной в п. 2.1.

Пиридин чистый по ГОСТ 2747—67, абсолютированный, приготовленный по методике, описанной в п. 2.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, концентрированная.

Уголь активированный.

Кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—66, свежепрокаленный.

Силикагель по ГОСТ 3956—54.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, ч.д.а.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление абсолютированного метанола

Обезвоживание метанола производят за счет взаимодействия находящейся в нем воды с метилатом магния с образованием гидроокиси магния.

В круглодонную колбу вместимостью 1 л, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г магниевой стружки, 0,5 г сублимированного йода и вливают 250—300 мл метанола. Смесь слегка нагревают на водяной бане для лучшего растворения магния и полного перехода его в метилат магния. При этом происходит энергичное выделение водорода.

После растворения всего магния через верхнюю часть холодильника приливают в колбу 500—600 мл метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Безводный метанол перегоняют, используя елочный дефлегматор. В приемник, снабженный хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую при атмосферном давлении при температуре 65—67°С. При перегонке должны быть приняты все меры предосторожности, предотвращающие попадание влаги из воздуха в перегнанный метанол. Степень осушки метанола должна обеспечивать содержание влаги не более 0,04%.

Предельно допустимая концентрация метанола в воздухе — 0,05 мг/мл.

В одной лаборатории не допускается использовать метиловый и этиловый спирты одновременно.

2.2. Приготовление абсолютированного пиридина

150—200 г едкого калия и 1 л пиридина кипятят в круглодонной колбе вместимостью 2 л, снабженной обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой. Обратный холодильник заменяют нисходящим и пиридин перегоняют в приемник, снабженный хлоркальциевой трубкой. Собирают фракцию, кипящую при атмосферном давлении и температуре 114—116°С.

При перегонке должны быть приняты меры предосторожности, предотвращающие попадание в систему влаги из атмосферы.

Допустимая концентрация пиридина в воздухе — 5 мг/л.

Пиридин и метанол должны храниться в стеклянной таре, порожняя тара должна промываться водой.

Не допускается работа с пиридином и метанолом без вентиляции.

2.3. Приготовление реактива Фишера

Реактив Фишера должен обладать водным эквивалентом от 3 до 4 мг/мл и может быть приготовлен следующим образом: в сухую колбу вместимостью 2000 мл с притертой пробкой отмеряют 800 мл абсолютированного пиридина. Стеклянную пробку заменяют резиновой с двумя стеклянными трубками, одна из которых

доходит почти до дна колбы и предназначена для ввода газа, другая предназначена для выхода газа. Колбу с содержимым взвешивают и охлаждают в ледяной воде. Вводную трубку соединяют со стеклянным сифоном, заполненным сернистым ангидридом, применяемым в холодильной промышленности, и пропускают газ в колбу при непрерывном перемешивании до тех пор, пока общая масса колбы с содержимым не увеличится на 40 г. После этого удаляют резиновую пробку с трубками и добавляют 90 г сублимированного йода. Закрывают сосуд стеклянной пробкой, встряхивают для растворения йода и оставляют смесь на 24 ч в темном месте, после этого ее переносят в сосуд для реакции. Склянка для хранения реактива Фишера должна быть изготовлена из темного стекла или закрыта чехлом из темной ткани для защиты реактива от действия света.

Допускается готовить реактив Фишера путем смешивания стандартных растворов 1 и 2, выпускаемых промышленностью.

2.4. По схеме, указанной на черт. 1, собирают установку для электрометрического титрования воды, содержащейся в металлических порошках. В качестве соединительных звеньев в установке используют либо полиэтиленовые, либо полувакуумные, предварительно осушенные шланги. Для смазки кранов и шлифов следует пользоваться силиконовой смазкой. В кварцевую трубку *6* помещают предварительно высушенные и взвешенные с точностью до ±0,0002 г никелевые лодочки с определенной навеской металлического порошка. В сосуд для титрования 10 помещают стеклянную трубку с впаянными в нее платиновыми электродами и собирают электрическую схему, как указано на черт. 2. В среднее отверстие сосуда вставляют насадку с капилляром, к которой присоединена микробюретка *12* с хлоркальциевой трубкой *13*. В сосуд *14* заливают реактив Фишера, приготовленный по методике, описанной в п. 2.3.

2.5. Заполняют микробюретку реактивом Фишера с помощью осушенного воздуха, который подают грушей через склянку *16* для промывания газа с концентрированной серной кислотой, и трубку, наполненную предварительно окрашенным и прокаленным силикагелем.

2.6. Проверяют электрическую схему прибора. В случае, изображенном на черт. 2, гальванометр находится в цепи с титровальным сосудом. Он может также подключаться в шунтированном состоянии. В первом случае гальванометр показывает «О» в конечной точке при завершении титрования, а во втором случае стрелка гальванометра при титровании отклоняется в сторону. Замыкают электроды, поднося металлический предмет к выводам электродов. При замкнутых электродах стрелка должна отклоняться на всю шкалу.

2.7. Установка титра реактива Фишера

В сухой титровальный сосуд через отверстие *3* (см. черт. 2) с помощью пипетки вносят определенное количество метанола, достаточное для полного покрытия платиновых электродов. Установив кран *5* (см. черт. 1) в положение *В*, поток инертного газа пускают через систему осушки непосредственно в титровальный сосуд. Газ пропускают в течение 5 мин для продувки установки. Включают электрическую схему и титруют содержащуюся в метаноле воду реактивом Фишера. В начале титрования реактив Фишера подают в титровальный сосуд со скоростью одна капля в секунду. При этом стрелка гальванометра отклоняется от нулевого положения незначительно. Когда стрелка гальванометра начнет сильно колебаться, реактив Фишера добавляют со скоростью одна капля в 5 с и при приближении к точке эквивалентности — со скоростью одна капля в 10 с.

Титрование проводят до тех пор, пока стрелка гальванометра не установится в определенном положении, которое сохраняется в течение 30—60 с. Прибавление 1—2 капель реактива Фишера не должно менять положение стрелки гальванометра. Это свидетельствует о конце титрования. Объем реактива, израсходованный на титрование абсолютированного метанола, в расчет не принимают.

Далее проверяют полноту сушки инертного газа, применяемого для отгонки воды из металлических порошков. С этой целью пропускают в течение 1 ч газ через титровальный сосуд. Если стрелка гальванометра отклоняется от положения, установившегося при титровании метанола, то вновь титруют воду инертного газа реактивом Фишера до установления постоянного положения гальванометра. Определяют количество реактива Фишера, израсходованное на оттитровывание воды, имеющейся в газе. Опыт повторяют еще раз, вновь продувая инертный газ в течение 1 ч через титровальный сосуд. Если количество воды в газе будет более 0,002% за 1 ч продувки, то оно должно быть уточнено при расчете количества воды в металлических порошках. Далее для установки титра реактива Фишера в оттитрованную смесь через отверстие *3* (см. черт. 2) вносят с помощью капельницы одну каплю дистиллированной воды массой около 10 мг. Капельницу вынимают и отверстие со шлифом закрывают заглушкой. Капельницу взвешивают до и после взятия навески с точностью ±0,0002 г. Пускают в титровальный сосуд поток азота (кран *5* находится в положении *В*) и титруют воду реактивом Фишера по методике, приведенной выше.

Титр реактива Фишера (T) в мг/мл вычисляют по формуле

$$T = \frac{G}{V},$$

где G — навеска воды, мг;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды, мл.

Титрование проводят до трех раз. Титр рассчитывают как среднее арифметическое результатов трех измерений. Допускаемые

расхождения результатов анализа не должны превышать 0,001 мг/мл.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Никелевые лодочки перед применением выдерживают в муфеле 1 ч при 250°С, затем помещают их в эксикатор над осушающим веществом. Через кварцевую трубку пропускают ток инертного газа (кран *5* находится в положении *А*, а кран *9* в положении *В*). Печь продувают в течение 15—20 мин. Скорость потока газа такая же, как и при установлении титра реактива Фишера.

Одновременно с продувкой печи производят отбор пробы порошка в предварительно высушенную никелевую лодочку. Отбирают от 10 до 50 г пробы в зависимости от ожидаемого количества воды. Порошок взвешивают на аналитических весах с точностью ±0,0002 г.

Величина навески определяется из следующего условия: количество воды в растворе метанола, находящегося в титровальном сосуде, отгоняемое инертным газом при нагреве порошка до 200°С, не должно превышать 0,5%. Печь нагревают до 200°С. Вынимают пробку на выходе из печи и в потоке инертного газа вставляют никелевую лодочку с пробой в холодную зону кварцевой трубы. Закрывают кварцевую трубу и через 5 мин передвигают лодочку с помощью задвижки в горячую зону, где выдерживают ее при 200°С до прекращения выделения воды. Проводят систематическое амперометрическое титрование выделенной воды реактивом Фишера по методике, приведенной выше. Испытания можно считать законченными в том случае, когда инертный газ, используемый для отгонки воды из порошка, не будет содержать воду. При этом фиксируют время, затраченное на проведение анализа. После окончания титрования продвигают лодочку в холодную зону трубы для охлаждения, переключают кран *9* в положение *В* и затем удаляют лодочку из трубы. Прекращают нагрев печи и выключают поток газа.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Если содержание воды в газе не превышает 0,002% за 1 ч продувки, то количество воды в металлических порошках (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование пробы, мл;

T — титр раствора реактива Фишера, мг/мл;

G — масса навески, г.

4.2. Если содержание воды в инертном газе превышает 0,002% за 1 ч продувки, то количество воды в металлических порошках (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование пробы, мл;

V_2 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды, содержащейся в инертном газе, мл;

T — титр раствора реактива Фишера, мг/мл;

G — масса навески, г.

Примечание. Время титрования воды, содержащейся в пробе, и воды, содержащейся в инертном газе, должно быть одинаковым.

4.3. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 10 отн. %.

Редактор *В. В. Чекменева*

Технический редактор *С. Ю. Миронова*

Корректор *О. Я. Гавриленко*

Сдано в набор 9/II 1973 г. Подп. в печ. 3/IV 1973 г. 0,5 н. л. Тир. 14000

Издательство стандартов. Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3

Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256, Зак. 283

Группа В59

Изменение № 1 ГОСТ 18317—73 Порошки металлические. Метод определения содержания воды

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.08.83 № 3811 срок введения установлен

с 01.01.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1790.

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воды электрометрическим титрованием реактивом Фишера»; последний абзац исключить.

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 9932—61 на ГОСТ 9932—75, ГОСТ 10378—63 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 7995—68 на ГОСТ 7995—80, ГОСТ 1770—64 на ГОСТ 1770—74, «ГОСТ 9876—61, тип II» на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 6995—67 на ГОСТ 6995—77, ГОСТ 2747—67 на ГОСТ 13647—78, ГОСТ 4460—66 на ГОСТ 4460—77, ГОСТ 9964—71 на ГОСТ 25336—82.

Раздел 1. Второй абзац. Заменить слова: «с силикагелем по ГОСТ 3956—54, пропитанным 5 %-ным раствором хлористого кобальта и прокаленным при 300—400 °С до синего цвета» на «с силикагелем-индикатором по ГОСТ 8984—75»; «Силикагель по ГОСТ 3956—54» на «Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984—75»; «Калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, ч. д. а.» на «Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77».

Пункт 2.4. Заменить слова: «взвешенные с точностью до ±0,0002 г» на «взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г».

Пункт 2.7. Четвертый абзац. Заменить слово: «уточнено» на «учтено»; заменить слова: «с точностью ±0,0002 г» на «с погрешностью не более 0,0002 г»; «G — навеска воды, мг» на «G — масса навески воды, мг»;

Раздел 3. Второй абзац. Заменить слова: «с точностью ±0,0002 г» на «с погрешностью не более 0,0002 г»; третий абзац. Заменить слова: «Величина навески» на «Масса навески».

Пункты 4.1, 4.2. Заменить слова: «количество воды» на «массовую долю воды».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. Абсолютные допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,005».

(ИУС № 11 1983 г.)

ВПИС Зак. № 1241-1000-89

gost.e-ecolog.ru