



**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**

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ**Методы определения общего углерода**Sintered hardmetals. Methods for the determination
of total carbon**ГОСТ**
25599.1—83
(СТ СЭВ 2948—81)

ОКП 19 6100

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 января
1983 г. № 291 срок действия установленс 01.01.84до 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

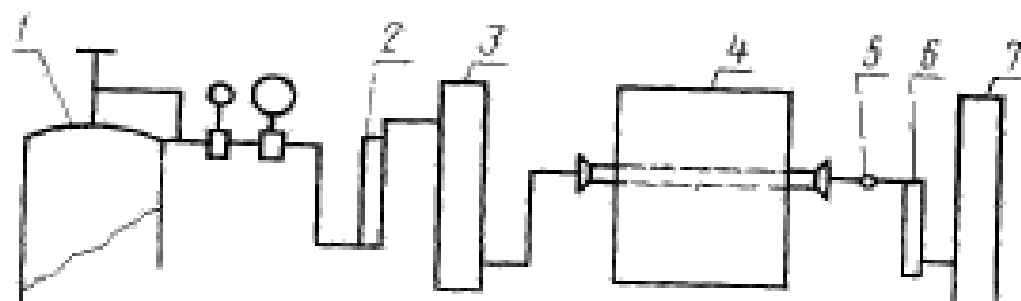
1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14339.0—82.

2. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на сжигании пробы в токе кислорода с последующим поглощением образующейся двуокиси углерода раствором гидроксида калия. Содержание углерода определяют по разности между первоначальным объемом смеси газов ($\text{CO}_2 + \text{O}_2$) и объемом газа, полученного после поглощения углерода раствором гидроксида калия.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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



1—стальной баллон с кислородом, снабженный редукционным запорным клапаном; 2—ротаметр; 3—промывная склянка, заполненная аскаритом; 4—печь сопротивленная с карбид-кремниевыми нагревателями, обеспечивающими нагревание печи до $(1350 \pm 50)^\circ\text{C}$; 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 водомером на 4,5 л.

Черт. 1

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Трубки фарфоровые внутренним диаметром от 20 до 21 мм.

Гидроокись калия, 40%-ный раствор.

Метилловый 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 — $300\text{ см}^3/\text{мин}$.

Устанавливают температуру печи от 1250 до 1350°C .

Лодочки прокаливают в токе кислорода при температуре от 1300 до 1350°C 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

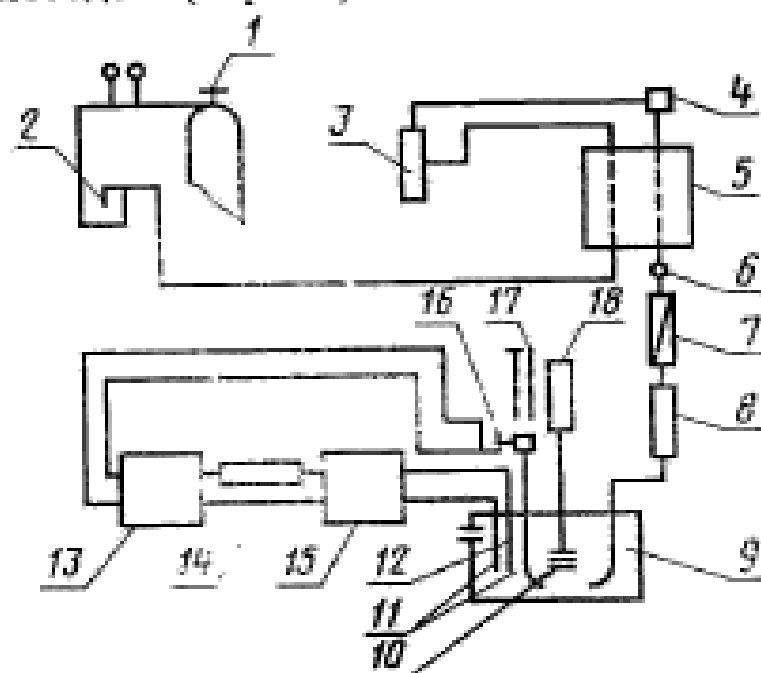
3.1. Сущность метода

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

Объем титрованного раствора, израсходованный на восстановление исходного значения рН, 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—проходная склянка, заполненная аскаритом; 4—загрузочный затвор для пробки; 5—двухтрубчатая печь сопротивления с карбид-кремневыми нагревателями, обеспечивающими нагрев печи до (1350 ± 50) °С; 6—шляковой фильтр; 7—капиллярный дроссель, создающий давление газа в печи 5 кПа; 8—стеклянная трубка, заполненная гранулированной двуокисью марганца; 9—поглощительный 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—электропривод.

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 гидроксид 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 гидроксидом бария; готовят следующим образом: насыщенный раствор гидроксидом бария разбавляют в 10 раз водой, предварительно прокипяченной в течение 1 ч, охлажденной до 20°C. Титрованный раствор хранят в бутылках, снабженных трубками с натронной известью. Титр устанавливают по стандартному образцу.

Раствор буферный с рН 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

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

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

Лодочки прокалывают в токе кислорода при 1300—1350°C 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 рН до 10.

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

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 ($X_{\text{общ}}$) в процентах вычисляют по формуле

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

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 ($X_{\text{общ}}$) 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 см³ 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 см³ 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.

(Продолжение изменения к ГОСТ 25599.1—83)

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 cm^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».

(ИУС № 7 1988 г.)