



**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 установлен

с 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 гидроокиси 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 гидроокиси калия.

Издание официальное



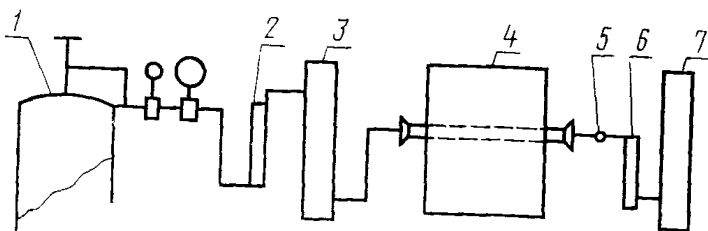
Перепечатка воспрещена

*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  $(1350 \pm 50)$  °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<sup>3</sup>/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

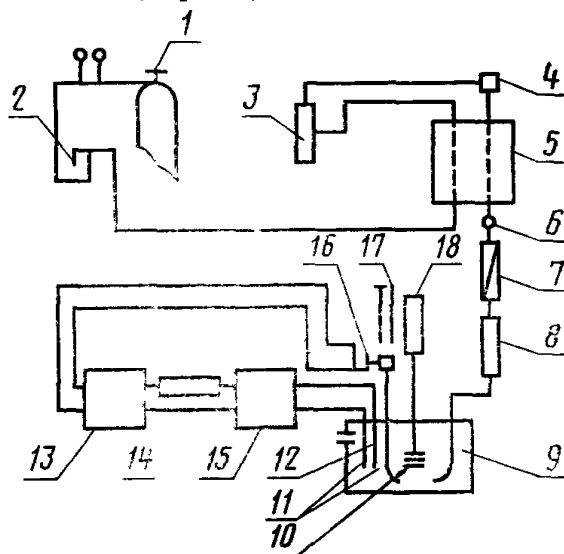
### 3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании пробы в токе кислорода, образовавшаяся двуокись углерода поглощается поглотительным раствором с определенным начальным значением 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—промывная склянка, заполненная аскаритом; 4—загрузочный затвор или пробка; 5—двухтрубчатая печь сопротивления с карбид-кремниевыми нагревателями, обеспечивающими нагрев печи до  $(1350 \pm 50)$  °С; 6—пылевой фильтр; 7—капиллярный дроссель, создающий давление газа в печи 5 кПа; 8—стеклянная трубка, заполненная гранулированной двуокисью марганца; 9—поглотительный сосуд вместимостью ст 300 до 400 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>; 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 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 см<sup>3</sup> воды. К полученному раствору приливают 15 см<sup>3</sup> 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°C. Титрованный раствор хранят в бутылках, 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 см<sup>3</sup> 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°C в течение 3 мин.

В поглотительную ячейку наливают от 250 до 300 см<sup>3</sup> поглотительного раствора, который после проведения анализа не более 50 проб следует заменить на новый. Устанавливают расход кислорода до 700 см<sup>3</sup>/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 ( $X_{\text{общ}}$ ) 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,  $\text{см}^3$ ;

$V_0$  — объем титрованного раствора гидроокиси бария, израсходованный на контрольный опыт,  $\text{см}^3$ ;

$T$  — титр раствора гидроокиси бария, выраженный в граммах углерода на  $1 \text{ см}^3$  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 рН.

Количество импульсов электричества, необходимое для восстановления исходного значения рН, 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 «потенциметрический» 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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.



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  $\text{CO}_2$  усредняется в закрытой замкнутой системе и по ИК-детектору определяется процентное содержание  $\text{CO}_2$ .

При отсутствии  $\text{CO}_2$  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  $\text{см}^3$  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».