

**МАТЕРИАЛЫ ПОРОШКОВЫЕ
(МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ СПЕЧЕННЫЕ),
ИСКЛЮЧАЯ ТВЕРДЫЕ СПЛАВЫ**

**Подготовка проб для химического анализа
по определению содержания углерода**

Издание официальное

БЗ 1—2001

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 150, Институтом проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28 мая 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь Республика Казахстан Кыргызская Республика Республика Молдова Российская Федерация Республика Таджикистан Туркменистан Республика Узбекистан Украина	Госстандарт Республики Беларусь Госстандарт Республики Казахстан Кыргызстандарт Молдовастандарт Госстандарт России Таджикгосстандарт Главгосинспекция «Туркменстандартлары» Узгосстандарт Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 7625—83 «Материалы металлические спеченные, исключая твердые сплавы. Подготовка проб для химического анализа по определению содержания углерода» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны, которые в тексте выделены курсивом

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 декабря 2000 г. № 384-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30642—99 (ИСО 7625—83) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2001 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Введение

Химический анализ спеченных металлических (*порошковых по ГОСТ 17359*) материалов, исключая твердые сплавы, выполняется с помощью имеющихся стандартных методов для компактных металлов (*литых металлов и их сплавов*).

Так как спеченные материалы очень часто содержат углерод в различных состояниях, то правильное определение массовой доли свободного или общего углерода требует соблюдения определенных предосторожностей при подготовке проб для анализа их состава.

Пробы, подготовленные в соответствии с требованиями настоящего стандарта, пригодны также для химического анализа по определению других элементов.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ ПОРОШКОВЫЕ
(МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ СПЕЧЕННЫЕ),
ИСКЛЮЧАЯ ТВЕРДЫЕ СПЛАВЫ

Подготовка проб для химического анализа по определению содержания углерода

Sintered metal materials, excluding hardmetals.
Preparation of samples for chemical analysis for determination of carbon content

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы подготовки пробы из материала (изделия) в виде стружки или порошка для определения содержания в ней свободного или общего углерода.

Связанный углерод определяется как разность между общим и свободным углеродом. Стандарт предусматривает подготовку проб для определения углерода химическим методом, т.е. сжиганием их в кислороде с последующим определением полученного диоксида углерода.

Подготовку проб для определения углерода физическими методами (металлографией или спектроскопией) стандарт не предусматривает.

Стандарт распространяется на изделия из материалов с однородным распределением в них углерода, находящегося в состоянии, приведенном в таблице 1, и удовлетворяющего условиям определения, указанным в таблице 2.

Стандарт не распространяется на изделия с неоднородным распределением углерода по всему объему (например в изделиях с упрочненным поверхностным слоем).

Наличие углеродистых веществ в порах или на поверхности анализируемых изделий (таблица 2) мешает определению углерода.

Т а б л и ц а 1 — Состояние углерода, определяемое химическим анализом

Состояние углерода	Типичный материал, содержащий углерод	Пояснение особенностей определения углерода
Связанный углерод (в карбидах или в твердых растворах)	Углеродсодержащие стали и жаропрочные сплавы	Определяется как разность между общим и свободным углеродом
Свободный углерод	Графитсодержащие бронзы, стали; материалы, пропитанные углеродсодержащей жидкостью (смазкой)	Определяется сжиганием остатка после избирательного растворения металла образца (пробы)
Общий углерод (сумма связанного и свободного углерода)	Все материалы (изделия), содержащие углерод	Определяется непосредственным сжиганием образца (пробы)

Т а б л и ц а 2 — Источники углеродистых веществ и возможности определения углерода химическими методами

Углеродистые вещества	Источник углеродистых веществ	Условия определения углерода
1 Жидкие или полужидкие органические вещества на поверхности или в порах	Калибровочная смазка, закалочное масло, пропитывающая смазка, эмульсол, консистентная смазка	Определение углерода возможно только после полного удаления органических веществ с помощью метода, приведенного в разделе 4
2 Парафин или парафинообразные вещества	Калибровочная смазка, коррозионная защита	То же
3 Поверхностные отложения углерода	Спекание, термообработка	«
4 Твердые органические вещества, например пластмассы на поверхности или в порах	Герметизирующий материал, обеспечивающий непроницаемость или коррозионную защиту изделия	В основном, удаление этих веществ и определение углерода невозможно

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 17359—82 Порошковая металлургия. Термины и определения

ГОСТ 18898—89 (ИСО 2738—87) Изделия порошковые. Методы определения плотности, содержания масла и пористости

ГОСТ 24903—81 Порошковые изделия. Метод определения масла

3 Сущность метода

Подготовка пробы для анализа проводится путем удаления из материала пробы впитавшегося в поры или поверхностного углерода с последующим механическим дроблением пробы, исключающим (за этим необходимо следить) потери содержащегося в материале свободного углерода.

4 Порядок подготовки проб

4.1 Пробу для анализа отбирают по нормативным документам на конкретный материал (изделие) и подготавливают в соответствии с требованиями 4.2 и 4.3.

4.2 Удаление углеродистых веществ, препятствующих анализу

Углеродистые вещества (таблица 2), искажающие результаты определения углерода, должны быть удалены из пробы или изделия до анализа следующим образом.

4.2.1 Органические вещества, впитавшиеся в поры или находящиеся на поверхности пробы или изделия (таблица 2, пункты 1, 2), должны быть удалены обезжириванием по Сокслету по ГОСТ 18898 или ГОСТ 24903 с помощью соответствующего растворителя.

Примечание — Если жидкость для пропитки содержит мельчайшие частицы углерода, например коллоидного графита, то обезжириванием по Сокслету может быть удалена только часть этих частиц. В этом случае определение свободного и общего углерода будет недействительно, несмотря на то, что расчет связанного углерода при этом возможен при условии определения содержания свободного и общего углерода на одном и том же изделии или изделиях после обезжиривания.

4.2.2 Поверхностные отложения углерода на пробе или изделии (таблица 2, пункт 3) удаляют механической обработкой.

4.3 Окончательная подготовка пробы

Анализируемая проба должна состоять из мелких кусочков или находиться в виде порошка с частицами такого размера, который соответствует применяемому методу анализа, и должна быть получена одним из следующих способов:

- измельчением в ступке, изготовленной из материала, не изменяющего состава пробы;
- сверлением, фрезерованием или обточкой.

Указанная механическая обработка должна выполняться без охлаждения пробы жидкостью. Необходимо принять меры против перегрева, окисления и загрязнения частиц. Если применяется сверление, изделие необходимо просверливать насквозь, а распределение просверливаемых отверстий должно быть равномерным по всей поверхности изделия. В изделии большой толщины отверстия просверливают с двух сторон до его середины.

Если кусочки после измельчения или механической обработки содержат мелкие частички, например свободного графита, то необходимо соблюдать меры предосторожности, чтобы не потерять их во время обработки.

П р и м е ч а н и е — В случае расслоения вся полученная в виде мелких кусочков или порошка проба должна быть после тщательного усреднения разделена на соответствующее (*необходимое*) количество анализируемых навесок. Содержание углерода вычисляют как среднее значение результатов анализа каждой навески.

Подготовленное количество проб должно быть представительным для изделия или изделий. Для защиты от загрязнения пробы для анализа должны храниться в эксикаторе с плотно закрытой крышкой без применения смазки.

Требования к длительному хранению проб должны быть приведены в нормативных документах на конкретное изделие.

На каждой упакованной пробе должны быть указаны:

- наименование изделия и марка его материала;
- номер партии;
- основные приемы подготовки пробы со ссылкой на настоящий стандарт;
- дата подготовки пробы.

УДК 621.762:006.354

МКС 77.160

В59

ОКСТУ 1790

Ключевые слова: порошковая металлургия, спеченные материалы, отбор проб, подготовка пробы, химический анализ, углерод, определение содержания

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 11.04.2001. Подписано в печать 07.05.2001. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,43.
Тираж 300 экз. С 972. Зак. 484.

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