

---

---

**Сплавы твердые. Определение  
содержания кремния в порошке  
металлического кобальта.  
Фотометрический метод**

*Hardmetals — Determination of silicon in cobalt metal powders —  
Photometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11877:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 11877:2008(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11877:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
1 Область применения .....	1
2 Принцип .....	1
3 Реактивы .....	1
4 Аппаратура и оборудование .....	2
5 Приготовление смеси кислот для обработки образца .....	2
6 Приготовление растворов для приемника .....	2
7 Методика .....	2
8 Фотометрическое определение .....	3
9 Приготовление контрольного и калибровочных растворов .....	3
10 Выражение результатов .....	3
11 Протокол испытания .....	3
Библиография .....	4

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11877:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 11877 разработан Техническим комитетом ISO/TC 119, *Порошковая металлургия*, Подкомитетом SC 4, *Методы отбора образцов и испытаний твердых сплавов*.

[ISO 11877:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008>

# Сплавы твердые. Определение содержания кремния в порошке металлического кобальта. Фотометрический метод

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовой доли кремния в диапазоне от 20 мкг/г до 300 мкг/г в порошке металлического кобальта.

## 2 Принцип

После обработки образца смесью кислот перегоняют образованный тетрафторид кремния в смесь борной кислоты и молибдата натрия. Экстрагируют полученный молибдатсиликатный комплекс метилизобутилкетонем и измеряют оптическую плотность раствора.

## 3 Реактивы

Должны использоваться реактивы наивысшей степени чистоты и вода только двойной перегонки или эквивалентной чистоты.

3.1 Фтористоводородная кислота, 40 %-ный раствор по массе.

3.2 Азотная кислота, 65 %-ный раствор по массе.

3.3 Соляная кислота, 30 %-ный раствор по массе.

3.4 Серная кислота, 96 %-ный раствор по массе.

3.5 Перхлорная кислота, 70 %-ный раствор по массе.

3.6 Раствор гидроксида натрия, 30 %-ный раствор по массе.

3.7 Борная кислота.

3.8 Молибдат натрия.

3.9 Амидосерная кислота.

3.10 Метилизобутилкетон.

3.11 Ацетон.

3.12 Вода.

3.13 Азот.

3.14 Стандартный раствор кремния, концентрацией 100 мкг/мл.

## 4 Аппаратура и оборудование

Вся аппаратура и оборудование, находящиеся в контакте с реактивами, должны быть изготовлены из не содержащего кремния материала, аналогичного PTFE (политетрафторэтилен), PP (полипропилен), PE (полиэтилен) и TPX (метилпентеновый полимер).

- 4.1 Аппаратура для обработки кислотой и перегонки, для отделения тетрафторида кремния.
- 4.2 Встряхиватель для пробирок.
- 4.3 Холодильник.
- 4.4 Платиновые гильзы, для взвешивания образца.
- 4.5 Мерные колбы, склянки и пипетки.

## 5 Приготовление смеси кислот для обработки образца

Смешивают 30 мл соляной кислоты, 20 мл азотной кислоты, 20 мл перхлорной кислоты и 30 мл воды в колбе из PTFE.

## 6 Приготовление растворов для приемника

### 6.1 Раствор I

Растворяют 37,2 г борной кислоты и 14,4 г молибдата натрия в воде в мерной колбе из PP и доводят объем до 1 000 мл водой.

### 6.2 Раствор II

Растворяют 19,4 г амидосерной кислоты в мерной колбе из PP и доводят объем до 100 мл водой.

## 7 Методика

- 7.1 Наливают 30 мл раствора I и 1 мл раствора II в мерную колбу вместимостью 100 мл.
- 7.2 Наливают 3 мл смеси кислот в перегонную колбу и добавляют 100 мг образца, взвешенного в платиновой гильзе.
- 7.3 Подсоединяют приемник и перегонную колбу и включают поток азота.
- 7.4 Нагревают прибор до температуры  $170 \pm 10$  °C в течение примерно 25 мин и поддерживают его при этой температуре в течение 50 мин. Регулируют продувочный газ во время перегонки.
- 7.5 После окончания времени перегонки отсоединяют приемную колбу и промывают впускную трубку водой.
- 7.6 Регулируют pH раствора в приемнике до значения 1,3 – 1,4 раствором гидроксида натрия (приблизительно от 800 мкл до 1 000 мкл) и оставляют его на 1 ч.
- 7.7 Добавляют 2,0 мл соляной кислоты и 20 мл метилизобутилкетона и встряхивают в течение 1 мин. Заполняют до стопорного крана водой и закрывают колбу. Выдерживают колбу при температуре + 5 °C в течение 1 ч.

## 8 Фотометрическое определение

Переносят метилизобутилкетонную фазу в соответствующий фотометр и проводят измерение относительно метилизобутилкетона.

Используют длину волны 345 мкм.

## 9 Приготовление контрольного и калибровочных растворов

### 9.1 Контрольный раствор

Определяют оптическую плотность раствора, содержащего все реактивы, за исключением образца.

### 9.2 Калибровочный раствор

Обрабатывают стандартный образец кремния, как описано в 9.1, и готовят, по меньшей мере, три раствора, содержащих кремний в том же диапазоне, что и образец, для построения калибровочной кривой.

## 10 Выражение результатов

### 10.1 Расчет

После расчета по формуле  $E = E_X - E_B$  (где  $E$  — экстинкция,  $E_X$  — экспериментально измеренная экстинкция и  $E_B$  — значение экстинкции контрольного раствора) определяют массовую долю кремния  $w$  графически или арифметически, используя калибровочную кривую и учитывая массу образца.

### 10.2 Конечный результат

Записывают среднее арифметическое значение приемлемого определения, округленное до 0,001 % по массе.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- a) ссылку на данный международный стандарт;
- b) все подробности, необходимые для идентификации образца для испытания;
- c) полученные результаты испытания;
- d) все операции, не указанные в этом международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные;
- e) подробности всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат испытания.

## Библиография

- [1] ISO 5725-1, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения*
- [2] ISO 5725-2, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения*
- [3] ISO 5725-3, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения*
- [4] ISO 5725-4, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерения*
- [5] ISO 5725-5, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерения*
- [6] ISO 5725-6, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 11877:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008>





iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11877:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec890f4-9b24-44be-a5cc-a363cc5086aa/iso-11877-2008>

---

---

**МКС 77.160**

Цена определяется из расчета 4 страниц