

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
3907**

Третье издание
2009-10-01

Скорректированная
версия
2010-02-15

Сплавы твердые. Определение содержания общего углерода. Гравиметрический метод

iTeh STANDARD PREVIEW
Hardmetals — Determination of total carbon — Gravimetric method
(standards.iteh.ai)

ISO 3907:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537b54e1-b9b9-44d7-b558-83575c6692be/iso-3907-2009>

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



Ссылочный номер
ISO 3907:2009(R)

© ISO 2009

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 фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были 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, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3907:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537b54e1-b9b9-44d7-b558-83575c6692be/iso-3907-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

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, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными 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 этого документа могут быть объектом патентных прав. Организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 3907 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 119, *Порошковая металлургия*, подкомитетом SC 4, *Методы отбора проб и испытаний для твердых сплавов*.

Данное третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 3907:1985), которое было технически пересмотрено.

В данной скорректированной версии ISO 3907:2009 в 7.1 добавлено пропущенное уравнение.

Сплавы твердые. Определение содержания общего углерода. Гравиметрический метод

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает гравиметрический метод определения весовой доли общего углерода в карбидах и твердых сплавах.

Данный метод применим к

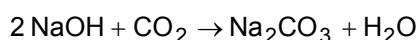
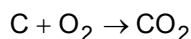
- карбидам хрома, гафния, молибдена, ниобия, тантала, титана, ванадия, вольфрама и циркония,
- смесям этих карбидов и связующим металлам, без смазки,
- ко всем маркам предварительно спеченных или окончательно спеченных твердых сплавов, полученных из этих карбидов, и

имеющих весовую долю общего углерода, превышающую 4 %.

2 Принцип

Окисляют углерод до диоксида углерода при высокой температуре в потоке чистого кислорода с добавлением флюса, при необходимости.

Абсорбция диоксида углерода выполняется кислородом, продуктом Ascarite¹⁾ в тарированной колбе. Определяют рост массы Ascarite¹⁾, который соответствует количеству образованного диоксида углерода.



3 Реактивы

При анализе используют реактивы только признанного аналитического качества и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1 Кислород, с ограничением углеродосодержащих примесей из расчета $\leq 0,6$ мл на кубический метр кислорода.

1) Ascarite – это торговое наименование продукта, поставляемого компанией Arthur H. Thomas Co. Эта информация представлена для удобства пользователей настоящего международного стандарта и не является поддержкой названного продукта. Разрешается использовать эквивалентные продукты, если они могут показать те же результаты.

3.2 Перхлорат магния, безводный.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Чтобы предотвратить возможность взрыва необходимо избегать контакта этого реактива с органическими материалами, особенно при избавлении от него

3.3 Флюс, например олово, металлическая медь или их окислы, металлическое железо.

3.4 Ascarite¹⁾ - продукт Ascarite.

4 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и следующее.

4.1 **Аппаратура**, состоящая из электропечи с окислительной трубкой, цепочки очистки и системы абсорбции диоксида углерода. При необходимости получения кислорода адекватной чистоты, может также использоваться очистительная цепочка.

Следующие одна за другой части аппаратуры должны соединяться вместе соединительными трубками, образуя воздухонепроницаемое уплотнение.

Аппаратура показана схематически на Рисунке 1.

4.1.1 **Источник кислорода** (3.1), с клапаном регулирования давления.

4.1.2 **Расходомер**.

4.1.3 **Электропечь**, работающая до 1 350 °С, с соответствующим устройством для регулирования температуры.

4.1.4 **Окислительная трубка**, изготовленная из непористого огнеупорного материала. Внутренний диаметр трубки должен быть от 18 мм до 30 мм, а ее длина должна быть не менее 650 мм, чтобы концы трубки не достигли температур выше 60 °С при работе.

4.1.5 **Лодочка**, изготовленная из огнеупорного материала, предварительно термически обработанная в потоке кислорода при температуре испытания в течение 10 мин или, в качестве альтернативы, при температуре от 800 °С до 1 000 °С в течение 1 ч.

Лодочка должна быть соответствующих размеров, например, длиной от 80 мм до 100 мм, шириной от 12 мм до 14 мм и глубиной от 8 мм до мм.

Предварительно обработанные лодочки должны храниться в эксикаторе. Шлифованные поверхности эксикатора и его крышки должны быть обезжирены.

4.1.6 **Пробка из силикатной ваты**.

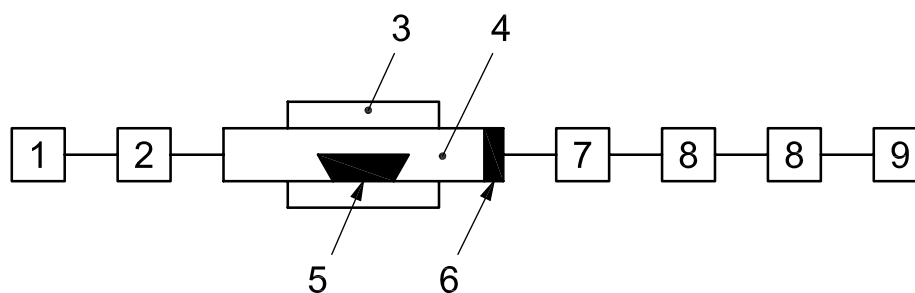
4.1.7 **Сушильная колба**, содержащая безводный перхлорат магния (3.2).

4.1.8 **Абсорбционные колбы**, содержащие Ascarite¹⁾ (3.4) и небольшое количество безводного перхлората магния (3.2).

Пример абсорбционной колбы показан на Рисунке 2.

4.1.9 **Дополнительная абсорбционная колба**, повернутая противоположно абсорбционной колбе в 4.1.8 (см. Рисунок 1, ссылочный пункт 8) во избежание попадания диоксида углерода и влажности из воздуха.

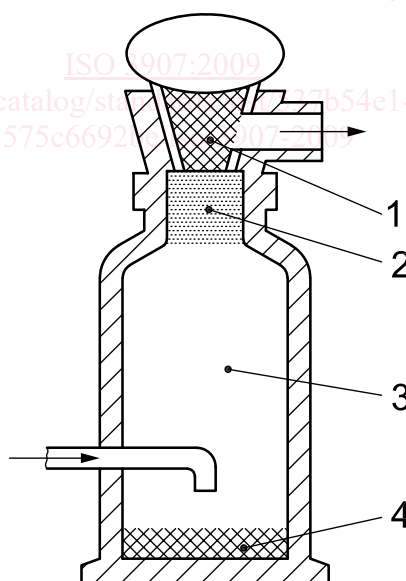
4.2 **Крюк**, сделанный из жаростойкой металлической проволоки с весовой долей углерода менее 0,05 %. Его диаметр должен быть около 3 мм, а его длина должна быть от 500 мм до 600 мм.



Обозначение

- 1 источник кислорода
- 2 расходомер
- 3 электропечь
- 4 окислительная трубка
- 5 лодочка
- 6 пробка из силикатной ваты
- 7 сушильная колба
- 8 абсорбционные колбы
- 9 дополнительная абсорбционная колба

Рисунок 1 — Аппаратура



Обозначение

- 1 стекловата в пробке
- 2 безводный перхлорат магния (3.2)
- 3 продукт Ascarite¹⁾ (3.4), не слишком спрессованный
- 4 нижний слой стекловаты для внутренней защиты трубки

Рисунок 2 — Абсорбционная колба

5 Отбор образцов

5.1 Образец должен быть размолот в порошок в ступке, изготовленной из материала, который не изменяет состав образца. Порошок должен проходить через сито с размером ячейки 180 мкм.

5.2 Анализ должен проводиться на двух или трех испытательных порциях.

6 Процедура

6.1 Общие положения

Проверяют температуру зоны окисления (от 1 200 °С до 1 350 °С, и не менее 1 300 °С, если присутствует карбид хрома), газонепроницаемость аппаратуры и эффективность кислородной очистки. Пропускают кислород через аппаратуру в течение от 10 мин до 15 мин при расходе от 300 см³/мин до 500 см³/мин в зависимости от диаметра используемой трубки. Затем отсоединяют абсорбционные колбы (см. Рисунок 1, пункт 8), взвешивают их при температуре окружающей среды и снова помещают их в положение.

6.2 Испытательная порция

Масса испытательной порции (m_0) должна содержать около 0,03 г углерода, и должна определяться с точностью до 0,0001 г.

При необходимости в испытательную порцию добавляют от 0,2 г до 1 г флюса (3.3).

6.3 Контрольный опыт

Контрольный опыт проводят путем окисления (действуя, как описано в 6.4 и 6.5) в присутствии количества флюса, используемого при анализе, и тщательно определяют увеличение массы (m_1) абсорбционных колб.

6.4 Окисление

Открывают окислительную трубку на конце входа кислорода и, с помощью крюка (4.2), помещают лодочку (см. Рисунок 1, пункт 5), содержащую испытательную порцию (6.2) в центр нагретой зоны трубки. Быстро закрывают трубку и немедленно пускают поток кислорода с расходом от 300 см³/мин до 500 см³/мин, в зависимости от диаметра используемой трубки. Продолжают пропускать кислород в течение от 10 мин до 20 мин, так чтобы полностью удалить диоксид углерода из окислительной трубки, и очищают колбу.

6.5 Определение

Закрывают пробки абсорбционных колб (см. Рисунок 1, пункт 8) и немедленно удаляют колбы из аппаратуры. Через 5 мин взвешивают колбы с точностью до 0,0001 г. Рекомендуется визуально проверить завершение окисления расплавленной масса в лодочке. Увеличение массы представляет абсорбированный диоксид углерода (m_2).

7 Представление результатов

7.1 Расчет

Весовая доля углерода, выраженная в процентах, определяется по формуле

$$27,29 \times \frac{m_2 - m_1}{m_0}$$

где

m_0 масса, в граммах (г), испытательной порции;

m_1 масса, в граммах (г), диоксида углерода, полученного при контрольном опыте;

m_2 масса, в граммах (г), диоксида углерода, полученного при окислении испытательной порции;

27,29 диоксид углерода к коэффициенту преобразования углерода, умноженному на 100.

7.2 Допуски

Отклонение между двумя независимыми определениями не должно превышать значений, приведенных в Таблице 1.

Таблица 1 — Допуски

Весовая доля общего углерода %	Диапазон для двух определений %	Диапазон для трех определений %
от 4 до 10	0,05	0,06
Свыше 10	0,07	0,08

7.3 Окончательный результат

В протокол заносится среднее арифметическое значение приемлемых определений, округленных с точностью до 0,01 % (весовая доля).

8 Протокол испытания

В протокол испытания включается следующая информация:

- ссылка на данный международный стандарт;
- все подробности необходимые для идентификации испытательного образца;
- полученный результат;
- все операции, не установленные в данном международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные;
- подробности любой случайности, которые могут повлиять на результат.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3907:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537b54e1-b9b9-44d7-b558-83575c6692be/iso-3907-2009>

МКС 77.160

Цена определяется из расчета 5 страниц