

ГОСТ 30529—97
(ИСО 4495—78)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ СО СМАЗКОЙ

Определение смазочных веществ методом экстракции
по Сокслету

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 № 12 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие проголосовали:

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

3 Настоящий стандарт содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4495—78 «Порошки металлические со смазкой. Определение смазочных веществ методом экстракции по Сокслету» 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 30529—97 (ИСО 4495—78) 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

Содержание

| | |
|--|---|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Сущность метода | 1 |
| 4 Аппаратура и реактивы | 1 |
| 5 Отбор проб | 2 |
| 6 Проведение испытаний | 3 |
| 7 Обработка результатов испытаний | 3 |
| 8 Оформление результатов испытаний | 3 |

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ СО СМАЗКОЙ

Определение смазочных веществ методом экстракции по Сокслету

Lubricated metallic powders. Determination of lubricant content.
Soxhlet extraction method

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания (массовой доли) смазки в металлических порошках со смазкой (или порошках, пропитанных смазкой) с помощью аппарата Сокслета при обычных условиях.

Метод применим к порошкам с массовой долей смазки не менее 0,3 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4—84 Углерод четыреххлористый технический. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 23148—98 (ИСО 3954—77) Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24299—80 Целлюлоза сульфатная вискозная. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 Сущность метода

Экстракция смазочного вещества соответствующим растворителем в аппарате Сокслета. Выпаривание растворителя после экстракции, определение массы остатка.

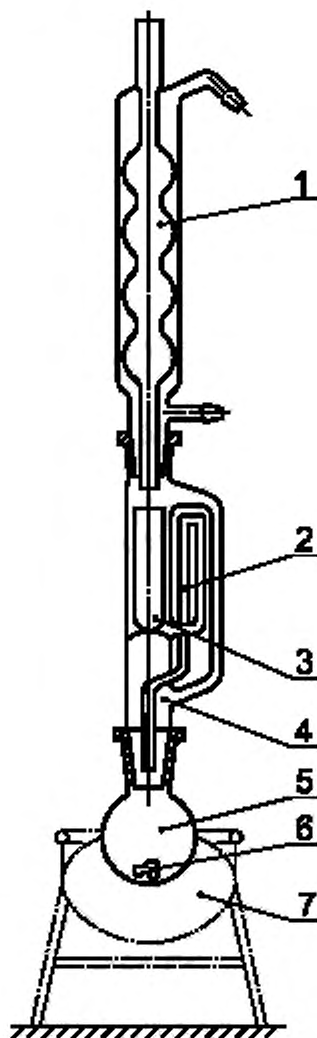
4 Аппаратура и реактивы

4.1 Весы, обеспечивающие взвешивание до 100 г с погрешностью не более 0,001 г, например по ГОСТ 24104.

4.2 Аппарат Сокслета, приведенный на рисунке 1, состоящий из следующих частей:

- холодильника шарикового;
- экстрактора Сокслета объемом от 75 до 100 см³;
- элемента фильтрующего (гильзы), состоящего из целлюлозы (по ГОСТ 24299), бумаги фильтровальной (по ГОСТ 12026) и ваты из хлопка (ваты медицинской гигроскопической по ГОСТ 5556), для предварительного экстрагирования растворителем смазочного вещества при содержании его в порошке менее 0,5 %. Длина (высота) фильтрующего элемента должна быть больше высоты сифона;
- колбы круглодонной вместимостью 100 см³ с помещенными в нее кусочками пемзы (по ГОСТ 25336). Допускается помещать в колбу вместо пемзы кусочки фарфора или стеклянные трубочки (капилляры), заплавленные с одного конца;
- устройства нагрева колбы, которое должно обеспечивать испарение растворителя со скоростью не менее 25 см³/мин.

Примечание — Конические соединения аппарата Сокслета не должны смазываться.



1 — холодильник шариковый; 2 — сифон; 3 — элемент фильтрующий; 4 — экстрактор Сокслета; 5 — колба круглодонная; 6 — кусочки перманентной бумаги; 7 — устройство нагрева колбы

Рисунок 1 — Аппарат Сокслета

4.3 Чашка выпарная (по ГОСТ 25336).

4.4 Органический растворитель, обеспечивающий экстракцию смазочного вещества. В качестве растворителя можно использовать, например, хлорированные углеводороды, ксилол, толуол и петролейный эфир.

Рекомендуется при экстракции смазочного вещества использовать углерод четыреххлористый по ГОСТ 4.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ. Вдыхание паров органических растворителей (углерода четыреххлористого и др.) опасно.

4.5 Сушильный шкаф, обеспечивающий температуру, не менее чем на 20 °С превышающую температуру кипения растворителя.

5 Отбор проб

5.1 Порошок должен быть испытан в состоянии поставки. *Дополнительные требования к состоянию порошка должны быть указаны в нормативных документах на конкретный порошок.*

Пробу для испытания отбирают по ГОСТ 23148.

5.2 Содержание смазки следует определять испытанием двух навесок.

5.3 Масса испытываемой навески должна быть приблизительно 10 г. При содержании смазки более 2 % масса испытываемой навески — приблизительно 5 г.

Рекомендуется испытывать навески массой $(10,0 \pm 0,2)$ или $(5,0 \pm 0,2)$ г.

6 Проведение испытаний

6.1 Навеску взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в предварительно высушенный фильтрующий элемент из целлюлозы. Фильтрующий элемент закупоривают ватным тампоном и помещают в экстрактор. Мелкозернистый порошок перед помещением в фильтрующий элемент должен быть завернут в фильтровальную бумагу соответствующей пористости.

Фильтровальная бумага должна исключать прохождение через нее частиц порошка испытываемой навески.

6.2 Взвешивают колбу с кусочками пемзы либо выпарную чашку с точностью до 0,001 г.

6.3 Наполняют колбу растворителем до 75 см³ и соединяют ее с экстрактором Сокслета, как показано на рисунке 1.

6.4 Нагревают растворитель до температуры кипения. Рекомендуется проведение предварительного испытания для данного типа порошка, пропитанного смазкой, и соответствующего ему растворителя с целью определения минимального времени, необходимого для полной экстракции. Как правило, продолжительность экстракции — не менее 2 ч. Установленное минимальное время полной экстракции потребуется для всех последующих испытаний такого же сочетания порошка и растворителя.

Допускается время (продолжительность) экстракции указывать в нормативных документах на конкретный порошок.

6.5 После окончания экстракции растворитель выпаривают из колбы сначала осторожным кипячением на водяной бане до исчезновения его следов, а затем в сушильном шкафу при температуре, превышающей температуру его кипения от 10 до 20 °С, в течение 30 мин.

После окончания экстракции растворитель из колбы можно вылить в выпарную чашку и провести его выпаривание в той же последовательности.

6.6 После охлаждения взвешивают колбу или выпарную чашку с точностью до 0,001 г.

7 Обработка результатов испытаний

7.1 Содержание (массовую долю) смазочного вещества C_m , % по массе, вычисляют по формуле

$$C_m = \frac{m_3 - m_2}{m_1} 100,$$

где m_3 — масса колбы с кусочками пемзы и остатком или выпарной чашки с остатком, г;

m_2 — масса колбы с кусочками пемзы или выпарной чашки, г;

m_1 — масса испытываемой навески, г.

7.2 Максимально допускаемое расхождение между двумя определениями должно быть не более 0,1 % по абсолютной величине.

7.3 Записывают *среднее* арифметическое значение двух определений, округленное до 0,05 %.

8 Оформление результатов испытаний

Результаты испытаний оформляют протоколом, который должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- необходимые данные для идентификации испытываемой пробы;
- используемый растворитель;
- продолжительность экстракции;
- другие операции, которые не предусмотрены настоящим стандартом и являются необязательными;
- полученные результаты испытаний;
- описание факторов, которые могли бы повлиять на результаты испытаний.

Ключевые слова: порошок металлический, содержание смазочного вещества, метод экстракции

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 19.04.2001. Подписано в печать 07.05.2001. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 000 экз. С 971. Зак. 485.

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