

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-78 0885-16
	Metalurgia proszków Oznaczanie zawartości środka poślizgowego metodą ekstrakcji przy użyciu aparatu Soxhletha	
	Grupa katalogowa III 59	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości środka poślizgowego w proszkach metali.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować do mieszanek prasowniczych, sproszkowanych wyprasek i innych układów proszkowych zawierających środek poślizgowy.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Pobieranie próbek. Próbkę do badań należy pobrać wg PN-75/H-04936 w ilości 40 g. Jeżeli norma przedmiotowa nie przewiduje inaczej, oznaczenie należy przeprowadzić na proszku w stanie dostarczonym.

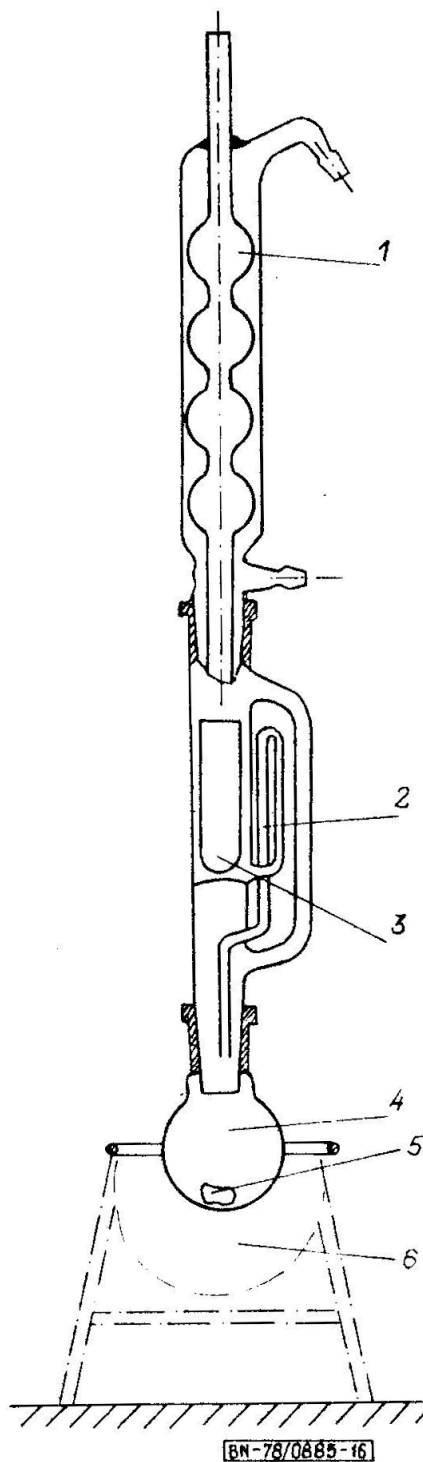
2.2. Zasada oznaczania polega na ekstrakcji środka poślizgowego odpowiednim ekstrahentem (rozpuszczalnikiem) przy użyciu aparatu Soxhletha. Po ekstrakcji należy odparować ekstrahent i oznaczyć masę pozostałości.

2.3. Aparatura i materiały pomocnicze

a) Aparat Soxhletha, według rysunku, składający się z następujących części:

- chłodnicy kulkowej,
- ekstraktora Soxhletha o pojemności $75 \pm 100 \text{ cm}^3$,
- gilzy ekstrakcyjnej (celulozowej),
- bibuły do sączenia,
- waty bawełnianej,
- kolby okrągłodennej pojemności 100 cm^3 zawierającej kamyczki wrzenne¹⁾.

1) Ponieważ w czasie ogrzewania w kolbie cieczy powyżej ich temperatur wrzenia mogą nastąpić przegrzania powodujące bardzo gwałtowne prawie wybuchowe wrzenie, należy temu zapobiec dodając do kolby małe niepolewane kawałki kaolinu, przed waniem ekstrahenta. Kaolinu nigdy nie należy wrzucać do cieczy ogrzanej do temperatury wrzenia. Każdą kawałką kaolinu można użyć tylko raz, gdyż podczas ochładzania otwórki zapychają się i kaolin przestaje spełniać swoją rolę.



Rys. Aparat Soxhletha

1 - chłodnica kulkowa, 2 - syfon, 3 - gilza ekstrakcyjna,
4 - kolba okrągłodenna, 5 - kamyczki wrzenne, 6 - grzybek grzejny

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
 Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
 dnia 21 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1979 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 15/1978 poz. 9)

Wysokość gilzy musi sięgać powyżej syfonu. Fabryczną gilzę można zastąpić wykonaną z bibuły do sączenia. Bibułę do sączenia i watę w przypadku, gdy zawartość środka poślizgowego wynosi poniżej 0,5% należy wyekstrahować rozpuszczalnikami. Stożkowych połączeń aparatu Soxhleta nie należy smarować. Można ponad szlifem nałożyć opaskę z suchej bibuły, żeby ewentualna skroplona na zimnej ścianie chłodnicy wilgoć, nie przedostała się do kolby przez kapilarne pory w szlifie.

b) Grzybek grzejny o wydajności dostatecznej do odparowywania ekstrahenta z szybkością nie mniejszą niż $25 \text{ cm}^3/\text{min}$. Zamiast grzybka grzejnego czyli tkaniny z wmontowaną spiralą grzejną można użyć promiennika podczerwieni.

c) Parownica.

d) Rozpuszczalnik organiczny służący jako ekstrahent dla danego środka poślizgowego np. czterochlorek węgla, benzen, toluen, eter naftowy, octan etylu. Wymienione rozpuszczalniki zalicza się do trucizn względnie związków szkodliwych; należy stosować je zgodnie z przepisami bhp.

2.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g próbki lub około 5 g w przypadku, gdy przewidywana zawartość środka poślizgowego przewyższa 2%. Ważenie należy przeprowadzić z dokładnością do 0,001 g. Odważkę wsypać do wysuszonej gilzy ekstrakcyjnej. Zatkać gilzę tamponem z waty bawełnianej i umieścić w ekstraktorze. Bardzo drobnoziarnisty proszek należy przed umieszczeniem w gilzie ekstrakcyjnej zawinąć w bibułę do sączenia odpowiedniej porowatości. Zważyć kolbę razem z kamyczkami wrzennymi, albo parownicę z dokładnością do 0,001 g. Nalać do kolby około 75 cm^3 ekstrahenta i połączyć z ekstrahentem Soxhleta jak na rysunku. Podgrzać ekstrahent do temperatury wrzenia. Zaleca się wykonanie próby dla danego typu proszku zawierającego znany środek poślizgowy i dla wyznaczonego ekstrahenta, w celu określenia minimalnego czasu potrzebnego do pełnej ekstrakcji.

W zasadzie czas ten nie przekracza 2 h. Wyznaczony tak czas ekstrakcji należy stosować przy wszystkich dalszych oznaczeniach tej samej kombinacji proszku i ekstrahenta. Należy uważać, aby dopływ wody do chłodnicy nie uległ przerwaniu, gdyż może to doprowadzić do niebezpiecznych pożarów i wybuchów. Praca z ekstrahentami niskowrzącymi i łatwopalnymi w przypadku pojedynczej ekstrakcji może być prowadzona pod zamkniętym wyciągiem. W przypadku serijnych prób na kilku lub kilkunastu aparatach pracujących

równocześnie należy prowadzić ekstrakcję w specjalnym pomieszczeniu zabezpieczonym przed wybuchem. W pomieszczeniu tym nie powinny znajdować się żadne odkryte grzejniki, niezabezpieczona przed eksplozją instalacja elektryczna, silniki elektryczne, które mogłyby spowodować zapłon itp.

Po zakończeniu ekstrakcji odparować ekstrahent podgrzewając najpierw delikatnie kolbę na łaźni wodnej do momentu gdy obecność ekstrahenta przestanie być widoczna, a następnie w suszarce w temperaturze $10\text{--}20^\circ\text{C}$ powyżej punktu wrzenia ekstrahenta przez 30 min. Można także przenieść ilościowo roztwór z kolby do parownicy i przeprowadzić te same czynności.

Kolbę lub parownicę zważyć po ostudzeniu z dokładnością do 0,001 g.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość środka poślizgowego (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_2 - masa kolby z kamyczkami wrzennymi i pozostałością po odparowaniu lub masa parownicy z pozostałością po odparowaniu, g,

m_1 - masa kolby z kamyczkami wrzennymi lub parownicy, g,

m - masa odważki proszku, g.

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń nie powinna przekraczać 0,1%.

2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń zaokrągloną do 0,05%.

2.7. Zalecana treść protokołu oznaczania. Protokół oznaczania powinien zawierać:

- nazwę i gatunek proszku,
- numer partii,
- warunki przygotowania próbki,
- nazwę i gatunek rozpuszczalnika użytego w charakterze ekstrahenta,
- czas trwania ekstrakcji,
- wynik oznaczania,
- datę wykonania oznaczania,
- szczegóły nie ujęte w normie, które mogłyby mieć wpływ na wynik,
- podpis osoby wykonującej oznaczenie.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metali Nie-
żelaznych, Gliwice.

2. Normy związane
PN-75/H-04936 Metalurgia proszków. Wytyczne pobiera-
nia i przygotowania próbek

3. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne
ISO 4495 (1977) Lubricated metallic powders - Determina-

tion of lubricant content - Soxhlet extraction method
Francja NF A 95-184 (1977) Métallurgie des poudres,
Poudres métalliques lubrifiées. Détermination de la te-
neur en lubrifiant par la méthode d'extraction au Soxhlet

4. Autorzy projektu normy - doc. dr inż. Wacław Ce-
gielski, mgr inż. Maria Rażniewska - Instytut Metali Nie-
żelaznych, Gliwice.