УДК 669.15.24-194.001:4.006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

Методы определения серы

Nickel-based fire-resistant alloys.
Methods for the determination of sulphur

ГОСТ 24018.8—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает кулонометрический и инфракрасно-абсорбционный (при массовой доле серы от 0,001 до 0,02%) и титриметрический йодид-йодатный (при массовой доле серы от 0,005% до 0,02%) методы определения серы в жаропрочных сплавах на основе никеля.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Отбор проб — по ГОСТ 7565.

2. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1350—1380°С в присутствии плавня.

Образовавшаяся двуокись серы поглощается раствором с заданным значением pH, что приводит к изменению кислотности раствора и ЭДС индикаторной системы pH-метра. Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения pH поглотительного раствора, пропорциональное массовой доле серы в пробе, фиксируется кулонометром—интегратором тока, показывающим непосредственное содержание серы в пробе в процентах.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Экспресс-анализатор типа АС-7412, АС-7512, АС-7932, АУС-7544 в том числе в комплекте с автоматическими весами (корректо-

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

ром массы) типа АВ-7301 или КМ-7426. Допускается применение анализаторов другого типа, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

Устройство сжигания типа УС-7077. Допускается использование устройств сжигания другого типа, обеспечивающих температуру до 1400°С.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147.

Лодочки предварительно прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом. При определении серы менее 0,005% лодочки прокаливают непосредственно перед проведением анализа.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые длиной 650—800 мм с внутренним диаметром 18—22 мм.

Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали диаметром 3—5 мм, длиной 500—600 мм.

Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583.

Аскарит по ТУ 6-09-4128.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261, раствор 0,1 моль/дм³.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Барий хлористый по ГОСТ 4108.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор 300 г/дм³.

Кварцевый песок по ГОСТ 22551.

Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300 или спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Плавень:

Ванадия (V) окись, х. ч. по ТУ 6—09—1948, предварительно прокаленная при температуре 400—450°С в течение 3—4 ч.

Плавень хранят в закрытом бюксе в эксикаторе.

Железо карбонильное ос. ч. 13—2 по ТУ 6—09—3600.

Поглотительный и вспомогательный растворы в соответствии с типом применяемого анализатора.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Прибор приводят в рабочее состояние согласно инструкции по эксплуатации анализатора.

В фарфоровую лодочку помещают 0,2 г плавня (пятиокиси ванадия), навеску сплава 0,5 г, при необходимости промытую эфиром или спиртом, и покрывают сверху 0,2 г плавня (пятиокиси ванадия). Лодочку с навеской пробы и плавнем помещают при помощи крючка в трубку для сжигания, закрывают затвор, устанавливают показания цифрового табло на «0» и сжигают навеску в течение 4 мин.

В процессе сжигания пробы поглотительный раствор закисляется, и стрелка pH-метра отклоняется вправо от исходного по-

ложения. Автоматически включается ток титрования, а на табло осуществляется непрерывный отсчет показаний.

Анализ считают законченным, когда стрелка pH-метра возвращается в исходное положение, а показания цифрового табло не изменяются или изменяются на величину холостого счета прибора; записывают показания цифрового табло, открывают затвор и извлекают лодочку из трубки.

2.3.2. Градуировку экспресс-анализатора осуществляют по стандартным образцам стали типа углеродистой. Результаты анализа используют для корректировки настройки анализатора.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot (a - a_1)}{m_1},$$

где m — масса навески, по которой был отградуирован прибор, г;

a — массовая доля серы, полученная при анализе навески пробы, %;

a_1 — массовая для серы, полученная при определении контрольного опыта, %;

m_1 — масса анализируемой навески, г.

Примечания:

1. При использовании анализатора в комплекте с корректором массы формула приобретает вид $X = a - a_1$.

2. При полностью автоматизированном анализе на цифровом табло указывается непосредственно результат анализа.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли серы приведены в таблице.

Массовая доля серы, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0007	0,0009	0,0008	0,0009	0,0004
Св. 0,002 » 0,005 »	0,0016	0,0020	0,0016	0,0020	0,0010
» 0,005 » 0,01 »	0,0022	0,0028	0,0023	0,0028	0,0014
» 0,01 » 0,02 »	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002

3. ИНФРАКРАСНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (ИК-спектроскопия)

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1700°С в присутствии плавня.

Массовую долю серы в процентах определяют по количеству образовавшейся двуокиси серы измерением количества поглощенных ею инфракрасных лучей.

3.2. Аппаратура, реактивы

Анализатор любого типа, основанный на принципе ИК-спектроскопии и обеспечивающий точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

Тигли керамические огнеупорные по НТД.

Перед употреблением тигли прокаливают в муфельной печи при температуре 900—1000°С в течение 3—4 ч и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом.

Плавень: смесь вольфрама металлического ШВЧ по ТУ 48-19-57 и олова металлического по ТУ 6-09-2705 в соотношении 1:1. Смесь ванадия (V) окиси по ТУ 6-09-1948 и железа карбонильного ос. ч. 13-2 по ТУ 6-09-3000 в соотношении 1:5.

Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300 или спирт этиловый по ГОСТ 18300.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Прибор приводят в рабочее состояние согласно инструкции по эксплуатации анализатора

В керамический тигель помещают навеску сплава 1,0 г при необходимости промытую эфиром или спиртом и покрывают приблизительно 2,0 г плавня. Анализ проводят согласно инструкции по эксплуатации анализатора.

3.3.2 Градуировку анализатора проводят по стандартным образцам стали типа углеродистой. Результаты анализа используют для корректировки настройки анализатора.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю серы в процентах определяют непосредственно по цифровому табло анализатора.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли серы приведены в таблице.

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1350—1380°С в присутствии плавня.

Образовавшаяся двуокись серы поступает в абсорбционный сосуд, поглощается водой с образованием сернистой кислоты, которую оттитровывают раствором йодид йодата калия в присутствии индикатора крахмала.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения серы титриметрическим методом, приведенная на черт. 1, состоит из баллона с кислородом *1* (допускается использование кислорода из кислородопровода); редукционного вентиля *2*; промывной склянки *3*, содержащей раствор марганцевокислого калия с массовой концентрацией 40 г/дм³ в

Схема установки для определения серы титриметрическим методом



Черт. 1

растворе гидроокиси калия с массовой концентрацией 400 г/дм³; склянки Тищенко *4* с концентрированной серной кислотой; *U*-образной трубки *5*, заполненной безводным хлористым кальцием или ангидроном (допускается проводить сухую очистку кислорода: для этого вместо склянок *3*, *4* и *5* используют хлоркальциевую трубку, колонку с аскаритом и *U* образную трубку, содержащую в первой половине (по ходу газа) асбест, пропитанный двуокисью марганца, а во второй - ангидрон); ротаметра *6*; двухходового крана *7*; трубки муллитокремнеземистой *8*; горизонтальной печи *9* с карбидкремниевыми нагревателями, обеспечивающей температуру до 1400°С; трубки *10* с шарообразным расширением, заполненным ватой для улавливания частиц продуктов сгорания; двухходового крана *11*, служащего для пуска газовой смеси в поглотитель, бюретки *12* вместимостью 25 см³; стеклянного поглотительного сосуда *13* высотой 250 мм и диаметром 40 мм; в сосуд входит Г-образная трубка *14*, оканчивающаяся барбатером *15* для распыления газов с целью лучшего поглоще-

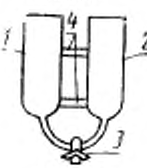
ния двуокиси серы водой; стеклянного сосуда сравнения *16* высотой 250 мм и диаметром 40 мм.

Допускается применение поглотительной ячейки, состоящей из двух стеклянных сосудов внутренним диаметром 30—35 мм высотой 150 мм (черт. 2). В левом сосуде *1* происходит поглощение двуокиси серы и титрование полученного раствора сернистой кислоты, в правом сосуде *2* находится раствор сравнения. Сосуды имеют общий слив, который закрывается трехходовым краном *3* и соединены стеклянной перемычкой *4*.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147.

Лодочки прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом.

Схема поглотительной ячейки



Черт. 2

Трубки муллитокремнеземистые длиной 650—800 мм с внутренним диаметром 18—22 мм.

Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали длиной 500—600 мм, диаметром 3—5 мм.

Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³ в растворе гидроокиси калия с массовой концентрацией 400 г/дм³

Кальций хлористый по нормативно-технической документации.

Аскарит по ТУ 6-09—4128.

Ангидрон по ТУ 6-09-3880.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм³: 0,5 г растворимого крахмала смешивают с 50 см³ холодной воды. Полученную суспензию вливают в стакан, содержащий 950 см³ кипящей воды, прибавляют 10 см³ соляной кислоты и кипятят 2—3 мин. После охлаждения прибавляют раствор йодид-йодата калия до получения бледно-голубой окраски раствора и перемешивают.

Калия йодид-йодата титрованные растворы.

Раствор А: 0,1110 г йодноватокислого калия, 15 г йодистого калия и 0,4 г гидроокиси калия помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в темной бутыли.

1 см³ раствора А соответствует приблизительно 0,00005 г серы.

Раствор Б: 100 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б соответствует приблизительно 0,00001 г серы.

Массовую концентрацию раствора Б йодид-йодата калия устанавливают по стандартным образцам с известной массовой долей серы, близких по химическому составу к анализируемым пробам.

Массовую концентрацию раствора Б йодид-йодата калия (C), г/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где a — массовая доля серы в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованного на титрование навески стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованного на титрование при проведении контрольного опыта, см³.

Плавень: смесь окиси меди, прокаленной при температуре (800±20)°С в течение 3—4 ч, и железа, взятых в соотношении (2:1); пятиокись ванадия по ТУ 6—09—1948, прокаленная при температуре 400—450°С в течение 3—4 ч. Допускается применение других плавней.

Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300 или спирт этиловый по ГОСТ 18300.

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Перед проведением анализа проверяют полноту выгорания серы из муллитокремнеземистой трубки.

Поглотительный сосуд и сосуд сравнения наполняют на 1/3 высоты раствором крахмала, окрашенного йодид-йодатом калия до светло голубого цвета. Через поглотительный сосуд пропускают поток кислорода. Если через 4—5 мин раствор обесцветится, добавляют йодид-йодат калия до получения светло-голубой окраски и снова пропускают кислород. Устойчивость окраски в поглотительном сосуде говорит о полном выгорании серы из трубки.

4.3.2. Проверяют установку на герметичность. Для этого в нагретую до рабочей температуры муллитокремнеземистую трубку пропускают кислород при закрытом двухходовом кране *11*. Установку считают герметичной, если в промывной склянке *3* через некоторое время прекратится появление пузырьков газа. В противном случае установку следует разобрать, проверить стеклянные стыки, краны, смазать их вазелином, собрать установку и снова проверить ее герметичность.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. В фарфоровую лодочку помещают навеску сплава 0,5—1,0 г, при необходимости промытую эфиром или спиртом, и 1,5 г смеси окиси меди и железа (при использовании пятиокиси ванадия навеска плавня составляет 0,4 г).

Поглотительный сосуд и сосуд сравнения наполняют раствором крахмала, окрашенным раствором йодид-йодата калия до бледно-голубого цвета.

Лодочку с навеской пробы и плавнем помещают в наиболее напретую зону трубки.

При закрытых кранах *7* и *11* (см. черт. 1) трубку закрывают резиновой пробкой (или затвором). Затем осторожно открывают кран *7* для подачи кислорода в печь и выдерживают пробу под давлением газа 20 с, после чего открывают кран *11* и пропускают поток газа через поглотительный раствор. Для контроля скорости подачи кислорода используют газовый счетчик или реометр и поддерживают расход кислорода 1—1,5 дм³/мин.

Когда двуокись серы, поступающая из печи в поглотительный раствор, начинает обесцвечивать нижний слой жидкости, из бюретки по каплям прибавляют раствор Б йодид-йодата калия с такой скоростью, чтобы жидкость все время оставалась бледно-голубого цвета. Титрование считают законченным, если интенсивность окраски в растворе в обоих сосудах становится одинаковой и не изменяется в течение 1 мин.

Для полноты сжигания навески кислород подают еще в течение 1 мин. Если интенсивность окраски в поглотительном сосуде не уменьшается, то анализ считают законченным.

4.4.2. Для проведения контрольного опыта в лодочку помещают навеску плавня и выполняют анализ согласно п. 4.4.1.

4.5. Обработка результатов

Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot (V - V_1)}{m} \cdot 100,$$

где C — массовая концентрация раствора йодид-йодата калия по сере, г/см³;

V — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованного на титрование, см³;

V_1 — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованного на титрование контрольного опыта, см³;

m — масса навески г.

4.6. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли серы приведены в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ:
В. П. Замараев, В. Т. Абабков, А. А. Сахарнов, З. И. Черкасова, Е. А. Толстова, Л. Н. Дмитрова
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.05.91 № 754
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2, 4.2
ГОСТ 4108—72	2.2
ГОСТ 4145—74	4.2
ГОСТ 4202—75	4.2
ГОСТ 4204—77	4.2
ГОСТ 4232—74	4.2
ГОСТ 4234—77	2.2
ГОСТ 5583—78	2.2, 4.2
ГОСТ 7565—81	1.2
ГОСТ 9147—80	2.2, 4.2
ГОСТ 10163—76	4.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 14261—77	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 20490—75	4.2
ГОСТ 22300—76	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 22551—77	2.2
ГОСТ 28473—90	1.1
ТУ 6—09—1948—81	2.2, 3.2, 4.2
ТУ 6—09—2705—78	4.2
ТУ 6—09—3030—78	2.2, 3.2
ТУ 6—09—3880—87	4.2
ТУ 6—09—4128—75	2.2, 4.2
ТУ 48—19—57—78	3.2

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 18.06.91 Подп. в печ. 11.10.91 1,0 усл. печ. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,95 уч.-изд. л. Тир. 4000 Цена 40 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, ГСП, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 424

gost.e-ecolog.ru