ГОСТ 11930.2—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.22:006.354 Группа В09

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения серы

Hard-facing materials.
Method of sulphur determination

ГОСТ 11930.2—79

Взамен ГОСТ 11930—66 в части разд. 7

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фототитрометрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,005 до 0,5 %) в прутках для наплавки, порошках из сплавов для наплавки, смеси порошков для наплавки.

Метод основан на сжигании навески образца в токе кислорода при 1250—1350 °С. Сера, находящаяся в образце, сгорает до сернистого газа, который затем в абсорбционном сосуде поглощается водой с образованием сернистой кислоты, которую оттитровывают раствором йодит-йодата в присутствии индикатора — крахмала.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения серы (черт. 1) состоит из следующих элементов: баллона *1* с кислородом по ГОСТ 5583—78 с редуктором; ротометра *2* типа РС-3А или РМ-А по ГОСТ 13045—81; печи двухтрубчатой *6* с селитовыми нагревателями, обеспечивающей температуру нагрева 1350—1400 °С; промывной склянки *4*, заполненной аскаритом; промывной склянки *3*, заполненной гранулированной двуокисью марганца; загрузочного затвора *5*; капиллярного дросселя *7*; пылевого фильтра *8* и анализатора *9*, в качестве которого используют приборы типа ЛМФ-69, ТФЛ-64 или ТФЛП-579 (67М), блока автоматического титрования и бюретки с автоматическим клапаном или автоматической бюретки.

В анализатор помещают поглотительный сосуд по ГОСТ 25336—82, вместимостью 150 см^3.

Лодочки фарфоровые ЛС2 № 2 по ГОСТ 9147—80.

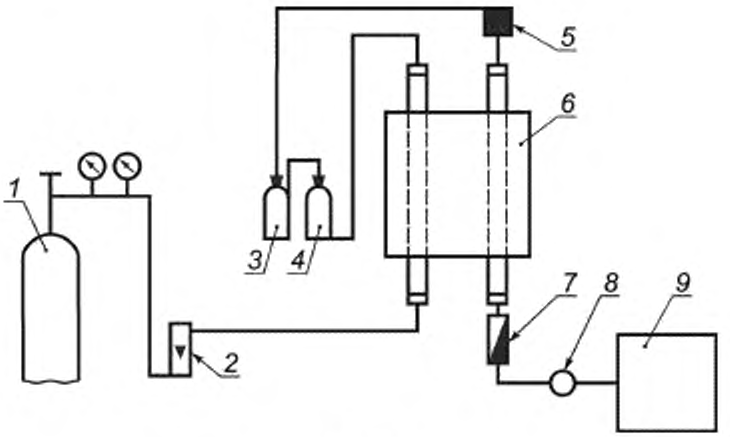
Микробюретка по НТД вместимостью 2—5 см^3.

Склянки для промывания газов по ГОСТ 23932—90.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011



Черт. 1*

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые по нормативно-технической документации.

Медь (II окись проволока) ч. д. а.

Блок автоматического титрования.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Вместо описанного анализатора можно использовать сосуд для сравнения.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, водный раствор с массовой долей 0,05 %.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77.

Гранулированная двуокись марганца; приготовление двуокиси марганца по ГОСТ 11930.1—79.

Поглотительный раствор; готовят следующим образом: к 1000 $см^3$ водного раствора крахмала приливают 5 $см^3$ соляной кислоты.

Йод по ГОСТ 4159—79, титрованный раствор; готовят следующим образом: навеску йода массой 0,6345 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, в которую предварительно помещают 4 г йодистого калия, растворяют, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Фарфоровые лодочки прокаливают в токе кислорода при 1300—1350 °С в течение 3 мин.

Анализируемую пробу промывают спиртом и подсушивают.

В поглотительный сосуд наливают 120 $см^3$ поглотительного раствора, помещают сосуд в гнездо анализатора, опускают в сосуд стержень мешалки и регулируют скорость перемешивания раствора.

Устанавливают расход кислорода 1 $дм^3$/мин.

Доводят цвет в поглотительном сосуде до синего (длина волны 440—460 нм).

После этого сжигают два образца с большим содержанием серы для стабилизации поглотительного раствора.

Титр раствора йода устанавливают по стандартному образцу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

---

* Чертеж 2. **(Исключен. Изм. № 2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В зависимости от содержания серы в образце берут навеску массой в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля серы, %	Масса навески анализируемого образца, г
От 0,005 до 0,05	1,0
Св. 0,05 » 0,5	0,3

Навеску образца тщательно перемешивают с плавнем — окисью меди в соотношении 1:3.

Фарфоровую лодочку помещают в трубку для сжигания и на блоке автоматического титрования включают ручку «титрование».

После того как прибор автоматически выключается, подсчитывают объем йода, израсходованного на титрование. Затем производят сжигание следующей пробы.

По окончании анализов бюретку и поглотительный сосуд промывают дистиллированной водой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V - V_0)\,T \cdot 100}{m},$$

где V — объем титрованного раствора йода, израсходованный на титрование, см^3;

V_0 — объем титрованного раствора йода, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

T — массовая доля раствора йода, выраженная в г/см^3 серы;

m — масса навески, г.

5.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,050 включ.	0,002
Св. 0,050 » 0,500 »	0,011

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**