Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения серы

ГОСТ 1953.12—79

Tin bronze. Methods for the determination of sulphur

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает йодометрический метод определения серы и методы определения серы с применением автоматических анализаторов (от 0,001 % до 0,1 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 5017, ГОСТ 613 и ГОСТ 614.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2239—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

2а.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании пробы в токе кислорода при 1200—1250 °С с поглощением выделяющейся двуокиси серы водой и титровании образовавшейся сернистой кислоты раствором йода в присутствии крахмала.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения содержания серы (см. чертеж).

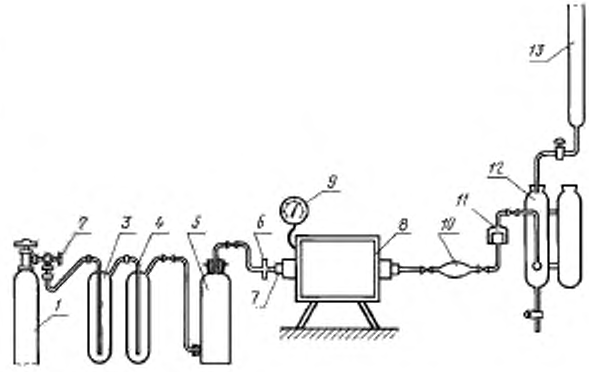
Установка состоит из следующих элементов: балкона с кислородом *1*; редукционного клапана *2*; промывной склянки *3* с раствором, содержащим 40 г/дм³ марганцовокислого калия и 400 г/дм³ гидроокиси калия; промывной склянки *4* с раствором серной кислоты, разбавленной 5:100, колонки для осушения кислорода *5*, содержащей в нижней части безводный хлористый кальций, затем слой стеклянной или обыкновенной вахты и в верхней части сухую гидроокись калия; трехходового крана *6*, дающего возможность направлять кислород, прошедший очистку, в печь или выпускать его в атмосферу и дополнительно регулировать скорость пропускания кислорода; фарфоровой трубки *7*, внутренним диаметром 20 см, концы которой, выходящие из печи, должны быть длиной не менее 100 мм, прокаленной перед применением в атмосфере кислорода при 1200 °С; горизонтальной электрической

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

трубчатой печи *8* с силитовыми стержнями, снабженной терморегулятором с термопарой и гальванометром, допускающим нагревание до 1200 °С, *9*; пылеуловителя, наполненного стеклянной ватой, *10*; двухходового крана *11*; двух поглотительных сосудов *12*, соединенных стеклянными перемычками; бюретки *13* вместимостью 10 или 25 см³.



Фарфоровые неглазурованные лодочки № 2 по ГОСТ 9147. Лодочки должны быть подготовлены для работы прокаливанием при 1200 °С в атмосфере кислорода в течение 10 мин. Полнота выжигания серы и ее соединений из лодочек контролируется пропусканием газообразных продуктов из печи через раствор крахмала. Конец выжигания серы определяют по прекращению обесцвечивания йодокрахмального раствора.

Стандартный образец для установления рабочего режима установки. Используют Государственные стандартные образцы сталей: ГСО 716—84п, ГСО 1557—83п, ГСО 1640—83п, ГСО 888—84п, ГСО 1416—82п, или никелевый сплав: ГСО 1862—80, ГСО 1862—85п, ГСО 1498—83п, ГСО 1609—85п.

Медь с массовой долей серы не более 0,001 % в виде стружки толщиной 0,05—0,1 мм.

Калий йодистый по ГОСТ 4232 и раствор 50 г/дм³.

Калия гидроокись.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 40 г/дм³.

Промывной раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм³ вносят 40 г марганцовокислого калия и растворяют его в 500—600 дм³ воды; к полученному раствору прибавляют 400 г гидроокиси калия и после ее растворения и охлаждения разбавляют раствор водой до метки.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 5:100.

Ртуть йодистая.

Кальций хлористый по НД, плавленный безводный.

Крахмал по ГОСТ 10163; раствор 10 г/дм³; готовят следующим образом: 10 г крахмала смешивают с небольшим количеством воды до образования однородной массы. Крахмальную суспензию вливают при перемешивании в 1 дм³ горячей воды. Раствор кипятят 2—3 мин и фильтруют через складчатый фильтр в склянку, в которую добавлено 0,03—0,05 г йодистой ртути.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, 0,0125 моль/дм³ раствор. Готовят из препарата, дважды перекристаллизованного и высушенного при 170 °С.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 0,0125 моль/дм³ и 0,0005 моль/дм³ растворы; 0,0125 моль/дм³ раствор готовят за 2—3 дня до установления титра следующим образом: 6,2 г серноватистокислого натрия растворяют в 100 см³ свежепрокипяченной и охлажденной воды, прибавляют 0,2 г углекислого натрия, разбавляют водой до 1 дм³ и хорошо перемешивают; 0,0005 моль/дм³ раствор тиосульфата натрия готовят разбавлением 0,0125 моль/дм³ раствора: 10 см³ 0,0125 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия вносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают прокипяченной и охлажденной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

Установка титра раствора тиосульфата натрия.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 10 см³ серной кислоты, 10 см³ раствора йодистого калия, 25 см³ 0,0125 моль/дм³ раствора двухромовокислого калия, колбу закрывают пришлифованной пробкой и оставляют в темном месте на 8—10 мин. Затем ополаскивают стенки колбы небольшим количеством воды (общий объем раствора должен быть 70—80 см³) и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, пока цвет раствора не станет светло-желтым, затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Массовую концентрацию 0,0125 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия по двухромовокислому калию (T_3) в граммах вычисляют по формуле

$$T_3 = \frac{248{,}8 \cdot 1{,}225 \cdot 25}{49{,}03 \cdot v \cdot 1000} = \frac{0{,}1554}{v},$$

где v — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см³.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159, 0,0005 моль/дм³ раствор; готовят следующим образом: 1,27 г кристаллического йода и 2,5 г йодистого калия взвешивают в фарфоровой чашке, перемешивают с небольшим количеством воды, тщательно растирают пестиком и растворяют в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой.

100 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

Из фиксанала 0,0005 моль/дм³ раствор йода готовят соответствующим разбавлением 0,005 моль/дм³ раствора йода.

Установка массовой концентрации раствора йода.

Массовую концентрацию раствора йода устанавливают по стандартному образцу сплава, содержащего серу в количестве, близком к анализируемому образцу.

1 г стандартного образца помещают в фарфоровую лодочку. Вынимают пробку из трубки и при помощи проволочного крючка устанавливают в наиболее нагретую зону трубки. Далее поступают, как указано в разд. 4.

Титр раствора йода (T_1), выраженный в граммах серы на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m \cdot X}{V \cdot 100},$$

где m — масса навески стандартного образца, г;

X — массовая доля серы в стандартном образце, %;

V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

При отсутствии стандартного образца титр раствора йода устанавливают по раствору тиосульфата натрия, массовую концентрацию которого устанавливают по раствору двухромовокислого калия.

Установка титра раствора йода.

В колбу вместимостью 250 см³ наливают 18—20 см³ воды, приливают из бюретки 20 см³ раствора йода, разбавляют водой до 70—80 см³ перемешивают и титруют 0,0005 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия до тех пор, пока цвет раствора не станет светло-желтым, затем приливают 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Массовую концентрацию 0,0005 моль/дм³ раствора йода по тиосульфату натрия (T_2) в граммах на 1 см³ раствора вычисляют по формуле

$$T_2 = 0{,}00102 \cdot T_3 \cdot v_1,$$

где T_3 — титр 0,0125 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия;

v_1 — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см³.

Титр раствора йода по сере (T_s) в граммах на 1 см³ раствора вычисляют по формуле

$$T_s = 0{,}216 \cdot T_2.$$

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. До проведения анализа необходимо проверить герметичность прибора при 1200 °С. Для этой цели соединяют весь прибор с баллоном, содержащим кислород, открывают трехходовой кран на воздух, осторожно открывают вентиль баллона, пропускают кислород со скоростью 20—30 пузырьков в 1 мин, переключают трехходовой кран в положение, при котором кислород поступает в печь, и закрывают кран перед первым поглотительным сосудом. Через 2—3 мин должно прекратиться выделение пузырьков в промывных склянках, после чего выжидают еще 5—7 мин. Если пузырьки больше не выделяются, установку считают герметичной.

Перед проведением анализа проверяют фарфоровую трубку на наличие летучих восстановительных веществ. Для этого в оба поглотительных сосуда наливают по 50 см³ воды, по 10 см³ раствора крахмала и приливают из бюретки по несколько капель раствора йода до появления голубой окраски. Затем поднимают температуру печи до 1200 °С и пропускают ток кислорода.

Если через 4—5 мин окраска раствора в первом сосуде заметно ослабнет, то к раствору приливают еще несколько капель йода до уравнивания окраски в обоих сосудах.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 1 г сплава помещают в фарфоровую лодочку, вынимают пробку из труб со стороны баллона с кислородом и при помощи проволочного крючка устанавливают лодочку в наиболее нагретую зону трубки. Трубку быстро закрывают пробкой и пропускают кислород с достаточной скоростью, чтобы предотвратить образование вакуума в печи.

Когда поступающие из печи в поглотительный сосуд газы начинают обесцвечивать раствор йода в нижней части сосуда, приливают раствор йода с такой скоростью, чтобы голубая окраска не исчезла во время сжигания пробы.

При ослаблении интенсивности окраски в поглотительном растворе замедляют приливание раствора йода и прекращают совсем, если окраска раствора продолжает оставаться постоянной и одинаковой с окраской раствора в правом сосуде. После этого еще пропускают кислород в течение 1 мин, и если окраска раствора не изменяется, сжигание считают оконченным.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{T_s \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;

T_s — массовая концентрация раствора йода по сере, г/см³;

m — масса навески, г.

5.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0007	0,0009
Св. 0,005 » 0,01 »	0,0015	0,002
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,03 » 0,05 »	0,005	0,007
» 0,05 » 0,1 »	0,007	0,009

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

5.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам сталей или никелевых сплавов (см. разд. 2), вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.3, 5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ АВТОМАТИЧЕСКИХ И ПОЛУАВТОМАТИЧЕСКИХ АНАЛИЗАТОРОВ

6.1. Сущность метода

Метод основан на определении серы с помощью автоматического или полуавтоматического анализатора, обеспечивающего сжигание навески пробы бронзы в токе кислорода при 1200—1600 °С, поглощении образовавшегося диоксида серы раствором окислителя и определении серы в зависимости от типа анализатора кондуктометрическим, кулонометрическим, амперометрическим методами или по измерению абсорбции молекулярных полос диоксида серы в инфракрасной области спектра.

6.2. Аппаратура

Автоматический или полуавтоматический анализатор типа АС-7932. Допускается применение других типов автоматических или полуавтоматических анализаторов.

6.3. Проведение анализа

Определение массовой доли серы проводят по методике, предусмотренной для данного типа анализатора, используя для градуировки государственные стандартные образцы сталей, например комплект, включающий ГСО 716—84п, ГСО 164—84п, ГСО 888—84п, ГСО 1377—82п и ГСО 1416—82п или никелевых сплавов (см. разд. 2).

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

6.4.2. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

6.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам стали или никелевых сплавов (см. разд. 2 и п. 6.3), вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 6. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2239—80

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.12—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	5.4, 6.4.3	ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 5017—74	Вводная часть
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 5583—78	2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 10163—76	2
ГОСТ 4159—79	2	ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 25086—87	1.1, 5.4, 6.4.3
ГОСТ 4220—75	2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru