УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения серы

Melted welding fluxes.
Method of sulphur determination

ГОСТ 22974.12—85

Взамен
ГОСТ 22974.9—78

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4475 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,02 до 0,20 %).

Сущность метода состоит в сжигании флюса в токе кислорода при температуре 1250—1350 °С. Образующийся при этом сернистый газ поглощается в абсорбционном сосуде водой, образуя сернистую кислоту, которую оттитровывают раствором йодид-йодата калия в присутствии индикатора—крахмала.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения серы (см. чертеж) состоит из: кислородного баллона по ГОСТ 5583—78 *1*, снабженного редукционным вентилем; склянки Тищенко *2*, содержащей раствор марганцовокислого калия с массовой концентрацией 0,04 г/см^3 в растворе гидроокиси калия с массовой концентрацией 0,4 г/см^3; сушильной колонки *3*, заполненной хлористым кальцием; трубчатой печи *4* с карборундовыми нагревателями; фарфоровой (высокоглиноземистой) трубки *5* длиной 750—800 мм и внутренним

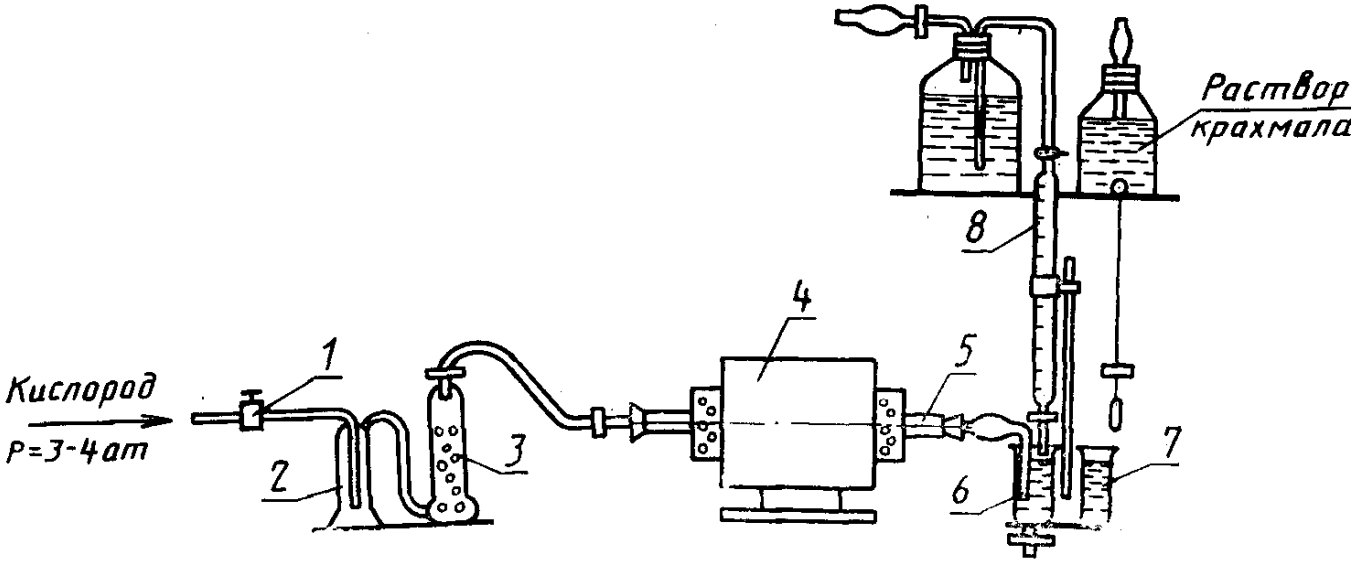
Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

диаметром 20—26 мм; сосуда для титрования *6*; сосуда для сравнения *7*; бюретки *8*.

Фарфоровые трубки и лодочки № 2 по ГОСТ 9147—80, прокаленные в токе кислорода при рабочей температуре.

Крючок, с помощью которого лодочки помещают в трубку и извлекают из нее, изготовлен из жаропрочной проволоки диаметром 3—5 мм, длиной 500—600 мм.



Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80 и с массовой концентрацией 0,4 г/см³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 0,04 г/см³.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, растворы.

Раствор А: 16 г крахмала растворяют при нагревании в 1000 см³ воды. К полученному раствору приливают 1000 см³ глицерина и хорошо перемешивают, хранят в темном месте.

Раствор Б: 50 см³ раствора А и 20 см³ серной кислоты растворяют в 4000 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают, этот раствор идет непосредственно на определение серы.

Раствор Б с массовой концентрацией крахмала 0,0002 г/см³.

Титрованный раствор для определения серы: 0,05 г йодноватокислого калия, 10 г йодистого калия и 0,2 г гидроокиси калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и водой доводят до метки.

Массовую концентрацию раствора йодид-йодноватокислого калия устанавливают по стандартному образцу флюса с известным

содержанием серы. Анализ стандартного образца проводят в тех же условиях, что и анализ исследуемого образца.

Массовую концентрацию раствора йодид-йодноватокислого калия (T), выраженную в г/см^3 серы, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot m}{V \cdot 100},$$

где C — массовая доля серы в стандартном образце, %;
m — масса навески стандартного образца, флюса, г;
V — объем раствора йодид-йодноватокислого калия, израсходованный на титрование, см^3.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Перед началом работы нагревают печь до температуры 1250—1300 °С и проверяют установку на герметичность.

Для этого в поглотительный сосуд и сосуд сравнения наливают по 70—80 см^3 крахмального раствора Б, прибавляют несколько капель титрованного раствора йодноватокислого калия до получения светло-голубой окраски и, открыв кран, пропускают кислород с такой скоростью, чтобы уровень жидкости поглотителя поднялся на 30—40 мм. Затем закрывают доступ кислорода в поглотительный сосуд (с помощью зажима) и проверяют установку на герметичность. Установка герметична, если в поглотительных склянках через некоторое время прекратится появление пузырьков газа. Перед сжиганием пробы или стандартного образца фарфоровую трубку проверяют на наличие восстановительных веществ.

Если окраска в поглотительном сосуде исчезает, то прибавляют титрованный раствор йодид-йодноватокислого калия до тех пор, пока слабо-голубая окраска раствора не перестанет изменяться.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску флюса массой 1 г помещают в фарфоровую лодочку. Лодочку с помощью крючка вводят в наиболее разогретую часть фарфоровой трубки и плотно закрывают пробкой. Открывают кран и пропускают кислород со скоростью, при которой уровень жидкости в поглотительном сосуде поднимется на 30—40 мм.

Когда поступающие из печи в поглотительный сосуд газы начнут обесцвечивать раствор, из бюретки приливают титрованный раствор йодид-йодноватокислого калия со скоростью, при которой синяя окраска не исчезала во время сжигания.

Титрование считают законченным, когда интенсивность окраски в обоих сосудах будет одинаковой. После этого пропускают кислород в течение 1—3 мин. Если интенсивность окраски не уменьшится, определение считают законченным.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем раствора йодид-йодноватокислого калия, израсходованный на титрование раствора анализируемого образца, $см^3$;

T — массовая концентрация раствора йодид-йодноватокислого калия, выраженная в $г/см^3$ серы;

m — масса навески флюса, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05 включ.	0,008
Св. 0,05 до 0,10 »	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,020

gost.e-ecolog.ru