ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80; ГОСТ 16412.9—80

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий

ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

УДК 669.11—492 : 546.22.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения серы

Iron powder. Methods for the determination of sulfur

ГОСТ 16412.5—80

Взамен ГОСТ 16412.5—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07 1981 г.
до 01.07 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле серы от 0,005 до 0,05%) и кулонометрический (при массовой доле серы от 0,003 до 0,20%) методы определения серы в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа—по ГОСТ 16412.0—80.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании железного порошка в потоке кислорода при температуре 1250—1300°С. Образующийся при этом сернистый газ вытесняется потоком кислорода в абсорбционный сосуд и поглощается в нем водой, в результате чего образуется сернистая кислота, которую оттитровывают смесью йодноватокислого и йодистого калия в присутствии индикатора крахмала.

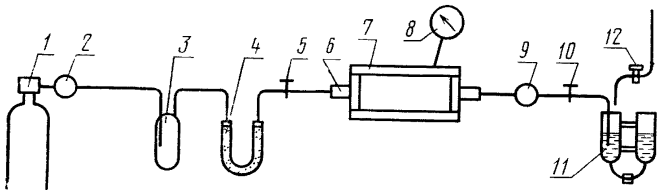
2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения серы (черт. 1) состоит из баллона с кислородом *1*, снабженного редукционным вентилем *2* для пуска и регулирования потока кислорода; поглотительной склянки *3*, содержащей 4%-ный раствор марганцовокислого калия в 40%-ном растворе гидроокиси калия, для очистки кислорода, поступающего

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Установка для определения серы титриметрическим методом



Черт. 1

в печь; U-образной трубки *4*, содержащей в первой половине (по ходу кислорода) натронную известь, а во второй — хлористый кальций; крана для регулирования потока очищенного кислорода *5*; фарфоровой неглазурованной трубки *6* внутренним диаметром 20 мм. Концы трубки, выступающие из печи, должны быть не короче 250 мм. Трубка перед употреблением должна быть прокалена по всей длине при температуре 1250—1300°С в потоке кислорода; горизонтальной трубчатой печи *7* с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1250—1300°С; термоэлектрического пирометра *8* для измерения температуры внутри печи, состоящего из платино-платинородиевой термопары и гальванометра; пылеуловителя *9*; двухходового крана *10*; поглотителя *11*, состоящего из двух стеклянных сосудов внутренним диаметром 30—35 мм и высотой 150 мм, соединенных стеклянными перемычками, в нижней части которого имеется кран для слива жидкости по окончании анализа. В левый сосуд поглотителя входит Г-образная трубка, через которую проходит поток кислорода и сернистого газа, оканчивающаяся барбатером для распыления газов с целью лучшего поглощения сернистого газа водой. В левом сосуде происходит поглощение двуокиси серы и титрование полученного раствора сернистой кислоты, в правом во время титрования находится раствор для сравнения окраски; бюретки *12* вместимостью 25 мл.

Фарфоровые неглазурованные лодочки по ГОСТ 6675—73. Перед работой лодочки прокаливают в потоке кислорода при температуре 1250—1300°С и хранят в эксикаторе. Полноту выжигания серы и ее соединений из лодочек контролируют пропусканием газообразных продуктов из печи через йодокрахмальный раствор. Конец выжигания серы определяют по прекращению обесцвечивания йодокрахмального раствора.

Весы лабораторные 2-го класса.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583—78.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75.

Калия гидроокись, 4%-ный раствор.

Известь натронная.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Титрованный раствор смеси йодноватокислого калия и йодистого калия; 0,0862 г йодноватокислого калия, 2 г йодистого калия и 0,4 г гидроокиси калия помещают в стакан и растворяют в 1 л воды. Раствор хранят в склянке из темного стекла. 1 мл раствора соответствует 0,000062 г серы. Титр смеси йодноватокислого калия и йодистого калия устанавливают по стандартному образцу стали, близкому по химическому составу и массовой доле серы к анализируемому железному порошку.

Титр раствора (T), выраженный в г/мл серы, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C_{ст} \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где $C_{ст}$ — массовая доля серы в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, мл;

V_1 — объем раствора смеси, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 4%-ный раствор в 40%-ном растворе калия гидроокиси.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,05%-ный раствор; 0,5 г растворимого крахмала растирают в фарфоровой ступке с 50 мл воды и вливают суспензию тонкой струей в 950 мл кипящей воды. К полученному раствору приливают 15 мл соляной кислоты. Применяют свежеприготовленный раствор.

Меди окись по ГОСТ 16539—79 порошкообразная или гранулированная, прокаленная при 800±25°С в течение 3—4 ч. Содержание серы в плавне не должно превышать 0,002%.

2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа установка должна быть проверена на герметичность при температуре 1250—1300°С. Для этого соединяют установку с баллоном, открывают баллон и пропускают кислород со скоростью $3{,}3 \cdot 10^{-5}$ м³/с (2 л/мин). Кран *5* переключают так, чтобы кислород поступал в печь. Кран *10* закрывают. Через 2 мин должно прекратиться выделение пузырьков в поглотительной склянке *3*. Если через 5 мин пузырьки не выделяются, уста-

новку считают герметичной. Затем определяют наличие восстановительных веществ в трубке и лодочке для сжигания пробы. Для этого в каждый сосуд поглотителя наливают по 120 мл крахмального раствора, приливают из бюретки несколько капель титрованного раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия до появления голубой окраски и пропускают поток кислорода с такой скоростью, чтобы уровень жидкости в поглотительном сосуде поднялся на 30—40 мм. Если крахмальный раствор в поглотительном сосуде через некоторое время обесцветится, что указывает на выделение из фарфоровой трубки восстановительных газообразных веществ, то, не прекращая потока кислорода, к поглотительному раствору добавляют из бюретки раствор смеси йодноватокислого и йодистого калия до тех пор, пока интенсивность окраски растворов в левой и правой частях поглотителя не станет одинаковой.

Для установления величины поправки контрольного опыта сжигают навеску окиси меди. Поправка должна быть не более 0,3 мл раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия.

2.4. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 1 г помещают в предварительно прокаленную в потоке кислорода фарфоровую лодочку и покрывают сверху равномерным слоем окиси меди (1 г). Лодочку с железным порошком и окисью меди помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, немедленно закрывают трубку резиновой пробкой со стеклянной трубкой, через которую отводят газообразные продукты сжигания в поглотительный сосуд, и производят сжигание пробы. При этом кислород следует пропускать со скоростью $3{,}3 \cdot 10^{-5}$ м³/с (2 л/мин), чтобы предотвратить образование вакуума в печи. Когда поступающие из печи в поглотительный сосуд газы начинают обесцвечивать раствор, добавляют раствор смеси йодноватокислого и йодистого калия с такой скоростью, чтобы окраска раствора в левой части поглотителя стала близкой к окраске раствора сравнения. Титрование считают законченным, когда интенсивность окраски растворов в обоих сосудах станет одинаковой. После этого кислород пропускают еще 1 мин. Если окраска раствора не изменится, сжигание считают законченным.

2.5. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия, израсходованный на титрование раствора анализируемого образца, мл;

V_1 — объем раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

T — титр раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия, выраженный в г/мл серы;

m — масса навески железного порошка, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в п. 3.4.2.

3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании железного порошка в потоке кислорода при температуре 1300—1350°С. Образующийся сернистый газ поглощается поглотительным раствором и вызывает повышение кислотности и изменение э. д. с. индикаторной системы pH-метра.

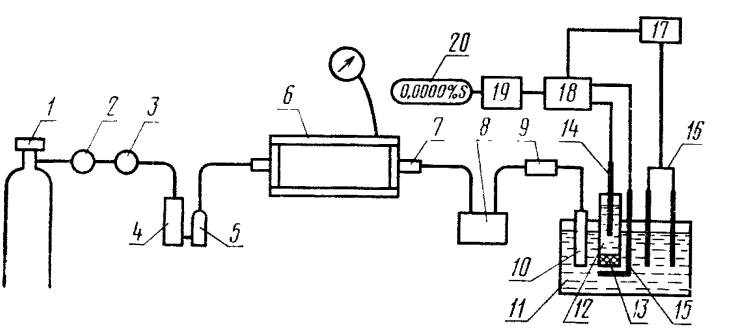
Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения pH поглотительного раствора, пропорциональное концентрации серы в пробе, фиксируется кулонометром-интегратором тока, показывающим количество серы в процентах. Влияние углерода устраняется выбором исходной величины pH поглотительного раствора на уровне pH 3,9. При такой кислотности поглотительным раствором практически не поглощается углекислый газ, образующийся при сгорании углерода пробы, а сернистый газ поглощается полностью.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Анализатор типа АС-7012.

Установка для определения серы (черт. 2) состоит из баллона с кислородом *1* (или кислородной трассы); редуктора *2*, понижа-

Установка для определения серы кулонометрическим методом



Черт. 2

ющего давление до 0,3—0,5 МПа (3—5 кгс/см²); редуктора ограничителя *3*, понижающего давление кислорода до 0,04 МПа (0,4 кгс/см²) и ограничивающего расход кислорода на уровне 2,5—3,0 л/мин; ротаметра *4*, предназначенного для измерения суммарного расхода кислорода, поступающего в фарфоровую трубку печи сжигания; поглотителя *5*, заполненного гранулированным едким калием и предназначенного для осушки и очистки кислорода от примесей; лабораторной трубчатой печи *6* с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до температуры 1300—1350°С; фарфоровой трубки *7*, предназначенной для сжигания навески железного порошка; фильтра-поглотителя *8*, заполненного молотым кварцем или отмытым кварцевым песком крупностью от 0,5 до 1 мм, предназначенного для очистки газообразных продуктов сжигания от пыли и окислов железа; фильтра *9*, заполненного ватой и предназначенного для тонкой очистки анализируемого газа; газоподводящей трубки *10*; датчика экспресс анализатора, включающего: поглотительный сосуд *11*; вспомогательный сосуд *12* с пористой керамической перегородкой *13*, платиновый анод *14*; платиновый катод *15*; электродную систему pH-метра *16* с измерительным и вспомогательным электродами; авторегулирующее устройство кулонометрического титрования *17*; источник стабилизированного генераторного тока *18*; интегратора тока *19* и цифрового табло *20*, фиксирующего массовую долю серы для навески 0,5 г.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 6675—73, прокаленные в потоке кислорода при температуре 1300—1350°С и хранящиеся в эксикаторе.

Весы лабораторные 2-го класса.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583—78.

Калия гидроокись.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 н. раствор.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Барий углекислый по ГОСТ 4158—72.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Песок кварцевый по ГОСТ 22551—77.

Меди окись по ГОСТ 16539—79, порошкообразная или гранулированная, прокаленная при температуре 800±25°С в течение 3—4 ч, массовая доля серы в ней не должна превышать 0,002%.

Поглотительный раствор: 100 г хлористого бария растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л, добавляют 5 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты, 10 мл раствора перекиси водорода, доводят водой до метки и перемешивают.

Вспомогательный раствор; 200 г хлористого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л, добавляют 5 мл 0,1 н.

раствора соляной кислоты, 300 мл раствора перекиси водорода, доводят водой до метки и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией. Для контроля правильности работы установки перед началом работы и через каждые 2—3 ч во время работы сжигают 2—3 навески стандартного образца стали с известным содержанием серы, близким к определяемому. Навеску железного порошка массой 0,5 г переносят в фарфоровую лодочку, насыпают сверху равномерный слой окиси меди массой 1 г, помещают лодочку с навеской в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки и быстро закрывают трубку затвором. Нажимают на кнопку «сброс» и устанавливают показание индикаторного цифрового табло на «нуль». Сжигают навеску железного порошка в потоке кислорода при температуре 1300—1350°С. После полного сгорания навески железного порошка, о чем судят по завершению процесса титрования, записывают результат анализа по показанию цифрового табло, открывают затвор и извлекают лодочку. В условиях анализа определяют массовую долю серы в контрольном образце.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot 0{,}5}{m},$$

где A — показания цифрового табло прибора, полученные в результате сжигания навески железного порошка, %;

A_1 — показания цифрового табло прибора, полученные при проведении контрольного опыта, %;

0,5 — коэффициент, учитывающий массу навески, г;

m — масса навески железного порошка, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,003 до 0,02	0,001
Св. 0,02 „ 0,05	0,003
„ 0,05 „ 0,10	0,004
„ 0,10 „ 0,20	0,005

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа. . . 3

ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . 8

ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . 16

ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . 22

ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . 28

ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . 35

ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . 39

ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца 48

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 п. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021

gost.e-ecolog.ru