ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОТИТАН

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 14250.1-80—ГОСТ 14250.11-80
(СТ СЭВ 1232-78—СТ СЭВ 1238-78, СТ СЭВ 4524-84—СТ СЭВ 4527-84)

Издание официальное

Цена 30 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'295—198:546.22.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 14250.3—80

ФЕРРОТИТАН

Метод определения серы

Ferrotitanium. Method for determination of sulphur

(СТ СЭВ 1234—78)

Взамен ГОСТ 14250.3—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 марта 1980 г. № 1172 срок действия установлен

с 01.07.80
до 01.07.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения серы (при массовой доле серы от 0,015 до 0,10%) в ферротитане. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1234—78.

Метод основан на сжигании навески ферротитана в токе кислорода при температуре не ниже 1300°С. Образующийся при этом сернистый газ вытесняется током кислорода в адсорбционный сосуд и поглощается в нем водой с образованием сернистой кислоты, которую оттитровывают раствором йодноватокислого калия в присутствии крахмала.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

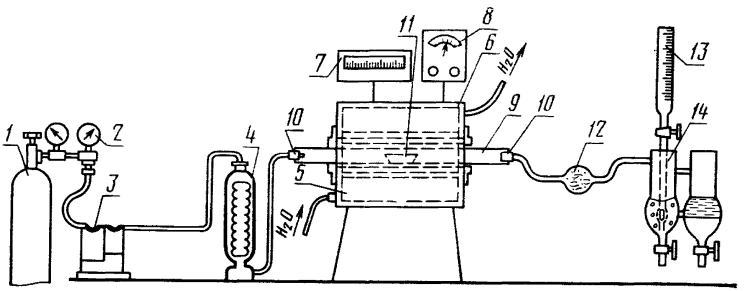
1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Схема установки для определения серы (черт. 1) состоит из баллона с кислородом *1*, снабженного редукционным вентилем для пуска и регулирования тока кислорода *2*; склянки очисти-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1985 г.

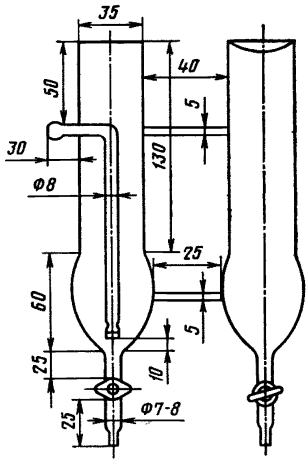


Черт. 1

тельной *3*, содержащей 4%-ный раствор марганцовокислого калия в 40 %-ном растворе гидроокиси калия; сушильной колонки, наполненной в нижней части хлористым кальцием, в верхней — аскаритом или натронной известью, *4*; печи трубчатой горизонтальной с карбидокремниевыми нагревателями, обеспечивающей нагрев до температуры не ниже 1300°С, температура печи регулируется трансформатором *5*; кожуха с водяным охлаждением *6*; термопары с терморегулятором или милливольтметром *7*; регулятора напряжения *8*; трубки фарфоровой, неглазурованной газонепроницаемой, длиной 800 мм, внутренним диаметром 18—20 мм *9*. Концы трубок, выступающие из печи, должны иметь длину не менее 170—200 мм. Трубки закрываются с обеих сторон хорошо подогнанными резиновыми пробками *10*. В отверстия пробок вставляют стеклянные трубки. Чтобы резиновые пробки не обгорали, внутреннюю торцевую поверхность пробок закрывают асбестовыми прокладками, надетыми на концы стеклянных или латунных трубок. Чтобы удалить примесь серы из фарфоровой трубки, ее перед употреблением по всей длине прокаливают в печи в токе кислорода при рабочей температуре; лодочки фарфоровой неглазурованной, прокаленной в токе кислорода при рабочей температуре, *11*; стеклянной трубки с шарообразным расширением, заполненной ватой для улавливания твердых частиц продуктов сгорания (перед определением содержания серы необходимо произвести 2—3 сжигания для насыщения ваты сернистым газом), *12*; бюретки для титрования *13*; поглотители *14*, состоящего из двух стеклянных сосудов (черт. 2), соединенных двумя стеклянными палочками.

Баллон с кислородом по ГОСТ 5583—78, снабженный редукционным вентилем.

Трубки фарфоровые неглазурованные, термостойкие, длиной 800 мм, внутренним диаметром 18—22 мм, прокаленные по всей длине в токе кислорода при (1300±25) °С.



Черт. 2

Лодочки фарфоровые № 2 по ГОСТ 9147—80.

Перед применением прокаливают в токе кислорода при температуре (1300±25) °С.

Крючок длиной 500—600 мм из жаростойкой проволоки, при помощи которого фарфоровые лодочки помещают в трубку и извлекают из нее.

Калия гидроокись, 40%-ный раствор.

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

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, обезвоженный.

Известь натронная или аскарит.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Крахмал по ГОСТ 10163—76, 0,05%-ный раствор: 0,5 г крахмала растирают в фарфоровой ступке с 50 см^3 воды и вливают суспензию тонкой струей в 950 см^3 кипящей воды. К полученному раствору приливают 15 см^3 соляной кислоты.

Меди окись по ГОСТ 16539—79, в виде проволоки или гранулированная, прокаленная при температуре 800°С в течение 3—4 ч.

Железо металлическое восстановленное.

Плавень: окись меди или смесь меди и железа, массовая доля серы в плавне должна быть не более 0,002%.

Титрованные растворы йодноватокислого калия:

раствор 1: 0,09 г йодноватокислого калия растворяют в 50—60 см³ воды, добавляют 1 г гидроокиси калия;

раствор 2: в стакане растворяют 10 г йодистого калия в 100—150 см³ воды. Затем к раствору 2 приливают раствор 1, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора йодноватокислого калия устанавливают по стандартному образцу ферротитана, близкому по химическому составу и содержанию серы к анализируемой пробе, проведенному через все стадии анализа, как указано в п. 3.2.

Массовую концентрацию раствора (T), выраженную в г/см³ серы, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot m_1}{(V - V_1) \cdot 100},$$

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

m_1 — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора йодноватокислого калия, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_1 — объем раствора йодноватокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Подготовка к анализу

Перед началом работы нагревают печь до температуры 1300°С, проверяют герметичность установки и контролируют полноту выгорания серы из фарфоровой трубки.

Для этого в оба сосуда приливают по 110—120 см³ раствора крахмала, пропускают ток кислорода с такой скоростью, чтобы уровень жидкости в поглотительном сосуде поднялся на 30—40 мм, и уравнивают окраски растворов в сосуде, приливая несколько капель титрованного раствора йодноватокислого калия до появления бледно-голубой окраски.

Если крахмальный раствор в поглотительном сосуде через некоторое время обесцветится, что указывает на выделение из фарфоровой трубки газов, восстанавливающих раствор йодноватокислого калия, то, не прекращая тока кислорода, к поглотительному раствору приливают из бюретки йодноватокислый калий до тех пор, пока интенсивность окраски растворов в поглотительном и контрольном сосудах будет одинаковой. Неизменность окраски в поглотительном сосуде свидетельствует о полноте выгорания серы из фарфоровой трубки.

Для проверки правильности работы установки сжигают 2—3 навески стандартного образца ферротитана в присутствии плавня, как описано в п. 3.2.

3.2. Массу навески, взятой из лабораторной пробы ферротитана, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, и массу плавня, в зависимости от массовой доли серы, определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля серы, %	Масса навески, г	Масса навески плавня, г	
		окись меди	окись меди+железо
От 0,015 до 0,05	1,0	2,0	1,0+0,5
Св. 0,05 » 0,10	0,5	1,0	1,0+0,5

Массу навески ферротитана помещают в фарфоровую лодочку и покрывают равномерным слоем плавня.

Лодочку с навеской и плавнем при помощи крючка помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки и немедленно закрывают трубку резиновой пробкой.

В процессе сжигания навески наблюдают за изменением окраски жидкости в поглотительном сосуде, где происходит поглощение окислов серы. Во время сжигания навески окраска поглотительного раствора должна быть близкой к окраске раствора в контрольном сосуде. Для этого к поглотительному раствору по мере уменьшения интенсивности окраски добавляют раствор йодноватокислого калия до получения одинаковой окраски растворов в обоих сосудах.

Титрование считают законченным, когда интенсивность окраски растворов в обоих сосудах будет одинаковой. Для контроля полноты сжигания навески подачу кислорода продолжают еще в течение 1 мин. Если интенсивность окраски раствора не уменьшается, определение считают законченным. При уменьшении интенсивности окраски раствора титрование продолжают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где T — массовая концентрация раствора йодистоватокислого калия, выраженная в г/см^3 серы;

V — объем раствора йодноватокислого калия, израсходованный на титрование образца пробы, см^3;

V_1 — объем раствора йодноватокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,015 до 0,030	0,006
Св. 0,030 » 0,070	0,008
» 0,070 » 0,10	0,010

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 14250.1—80 Ферротитан. Метод определения титана . . . 1
ГОСТ 14250.2—80 Ферротитан. Методы определения углерода . . . 7
ГОСТ 14250.3—80 Ферротитан. Метод определения серы 29
ГОСТ 14250.4—80 Ферротитан. Метод определения фосфора . . . 35
ГОСТ 14250.5—80 Ферротитан. Методы определения меди 41
ГОСТ 14250.6—80 Ферротитан. Метод определения алюминия . . . 49
ГОСТ 14250.7—80 Ферротитан. Метод определения кремния . . . 54
ГОСТ 14250.8—80 Ферротитан. Метод определения ванадия . . . 58
ГОСТ 14250.9—80 Ферротитан. Метод определения молибдена . . 66
ГОСТ 14250.10—80 Ферротитан. Метод определения олова 75
ГОСТ 14250.11—80 Ферротитан. Метод определения циркония . . . 83

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *В. В. Лобачева*

Сдано в наб. 19.06.85 Подп. в печ. 13.11.85 5,75 п. л. 5,88 усл. кр.-отт. 5,77 уч.-изд. л. Тир. 16000 Цена 30 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2237

gost.e-ecolog.ru