МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения серы

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.12—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.12—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Титриметрический метод определения серы 1

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Метод определения серы

Melted welding fluxes.
Method of sulphur determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения серы при содержании от 0,02 до 0,2 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 4202—75 Калий йодноватокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 5583—78 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия
ГОСТ 6259—75 Глицерин. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Титриметрический метод определения серы

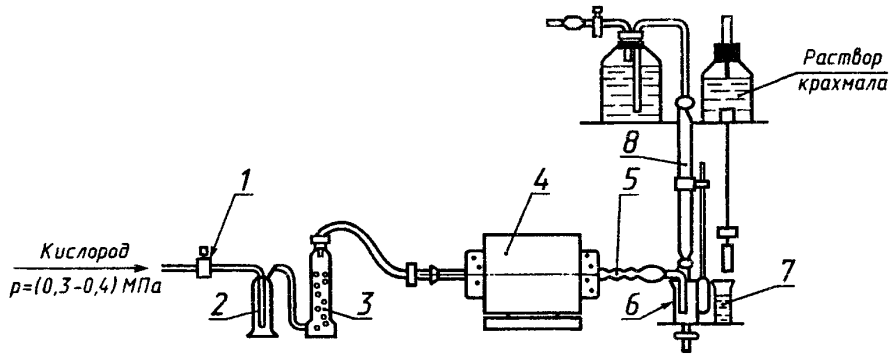
4.1 **Сущность метода**

Метод 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 йодит-йодата калия в присутствии крахмала (индикатора).

4.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Установка для определения серы (рисунок 1).

Издание официальное



1 — кислородный баллон по ГОСТ 5583 с редукционным вентилем; *2* — склянка Тищенко, содержащая раствор марганцовокислого калия массовой концентрации 0,04 г/см^3 в растворе гидроксида калия массовой концентрации 0,4 г/см^3; *3* — сушильная колонка, заполненная хлористым кальцием; *4* — трубчатая печь с карборундовыми нагревателями; *5* — фарфоровая (высокоглиноземистая) трубка длиной 750—800 мм и внутренним диаметром 20—26 мм, *6* — сосуд для титрования; *7* — сосуд для сравнения; *8* — бюретка

Рисунок 1 — Установка для определения серы

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

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

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363 и раствор массовой концентрации 0,4 г/см^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 0,04 г/см^3.

Кальций хлористый.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Раствор А: 16 г крахмала растворяют при нагревании в 1000 см^3 воды. К полученному раствору приливают 1000 см^3 глицерина и хорошо перемешивают, хранят в темном месте.

Раствор Б: 50 см^3 раствора А и 20 см^3 серной кислоты растворяют в 4000 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают, этот раствор идет непосредственно на определение серы.

Титрованный раствор для определения серы: 0,05 г йодноватокислого калия, 10 г йодистого калия и 0,2 г гидроксида калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 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, г/см^3 серы, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C\,m}{V\,100}, \qquad (1)$$

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

m — масса навески стандартного образца флюса, г;

V — объем раствора йодид-йодноватокислого калия, израсходованного на титрование, см^3.

4.3 **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 светло-голубая окраска раствора не перестанет изменяться.

4.4 **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 поднимается 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 исчезает во время сжигания.

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

4.5 **Обработка результатов**

4.5.1 Массовую долю серы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{VT}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

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

m — масса навески флюса, г.

4.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли серы приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля серы	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		$d_к$	d_2	d_3	
От 0,02 до 0,05 включ.	0,006	0,008	0,006	0,008	0,004
Св. 0,05 » 0,1 »	0,008	0,011	0,009	0,011	0,005
» 0,1 » 0,2 »	0,02	0,03	0,02	0,03	0,01

УДК 621.791.048 : 006.354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: метод определения серы, кислота, раствор, массовая доля, анализ, образец, титриметрический метод определения серы, нормы точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07.99. Подписано в печать 13.09.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50.
Тираж 231 экз. С3579. Зак 712

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru