ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

ГОСТ 21639.10—76

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 66.046.52:546.22.06:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

Метод определения серы

ГОСТ 21639.10—76

Fluxes for electroslag remelting.
Method for determination of sulphur

ОКСТУ 0709

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения серы в флюсах при массовой доле ее от 0,005 до 0,07 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на сжигании навески флюса в токе кислорода в трубчатой печи при температуре 1300—1350 °С, поглощении образующейся двуокиси серы водой и последующем титровании сернистой кислоты раствором йодноватокислого калия в присутствии индикатора-крахмала.

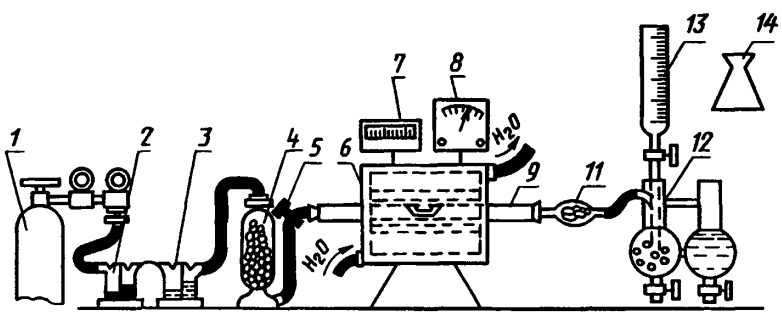
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 21639.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения содержания серы (см. чертеж).



Установка для определения содержания серы состоит из следующих элементов: баллона с кислородом *1*, снабженного редукционным вентилем для пуска и регулирования тока кислорода; склянки Тищенко *2*, содержащей раствор марганцовокислого калия в растворе 300 г/дм^3 гидроокиси

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

калия; склянки Тищенко *3*, заполненной концентрированной серной кислотой; сушильной колонки *4*, заполненной натронной известью; двухходового крана *5* для пуска кислорода в печь; горизонтальной трубчатой печи *6* с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагревание до температуры (1400±20) °С; термопары платино-платинородиевой *7* с терморегулятором или милливольтметром типа МРШПР-54; трансформатора *8* для регулирования напряжения с амперметром со шкалой 20 А для контроля силы тока нагревателя (можно использовать автотрансформатор типа РНО-250—10); трубки фарфоровой неглазурованной *9* длиной 650—750 мм, внутренним диаметром 20—22 мм. Концы трубки, выступающие из печи, должны иметь длину не менее 170—200 мм. Новые трубки перед применением должны быть прокалены при рабочей температуре по всей длине. Трубки с обеих сторон закрывают хорошо подогнанными резиновыми пробками. В отверстия пробок вставляют стеклянные или латунные трубки. Для предотвращения обгорания резиновых пробок внутреннюю торцовую поверхность закрывают асбестовыми прокладками; грушеобразной трубки *11*, заполненной стекловатой для улавливания твердых частиц флюса, уносимых током кислорода в процессе сжигания навески; поглотительного сосуда *12*, состоящего из двух стеклянных сосудов, соединенных стеклянными перемычками (в один из сосудов впаяны Г-образная стеклянная трубка, оканчивающаяся барбатером, через который поступают газообразные продукты сжигания в поглотительный сосуд) с краном в нижней части для слива раствора. В правый сосуд (сосуд сравнения) наливают жидкость, служащую для контроля; бюретки для титрования *13*; склянки из темного стекла *14* с титрованным раствором йодноватокислого калия.

Крючок из жаропрочной проволоки.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы с массовой концентрацией 40, 300 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3 в растворе с массовой концентрацией 300 г/дм^3 гидроокиси калия.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—4711.

Известь натронная.

Плавень: окись меди (II) в виде порошка по ГОСТ 16539. Плавень должен быть проверен на содержание серы. Поправка не должна превышать 0,002 % серы.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163; раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм^3 готовят следующим образом: 0,5 г растворимого крахмала растирают в ступке с 30 см^3 холодной воды, вливают тонкой струйкой в колбу, где находится 700 см^3 горячей воды. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, приливают 15 см^3 соляной кислоты и разбавляют холодной водой до 1000 см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202.

Титрованный раствор йодноватокислого калия; готовят следующим образом: 0,0862 г йодноватокислого калия растворяют в 300 см^3 воды, приливают 10 см^3 раствора с массовой концентрацией 40 г/дм^3 гидроокиси калия и перемешивают. К полученному раствору добавляют 15 г йодистого калия, растворяют при перемешивании и доливают водой в мерной колбе до 1000 см^3. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Массовую концентрацию раствора йодноватокислого калия устанавливают по навеске стандартного образца флюса, проведенной через все стадии анализа.

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

$$C = \frac{C_1 \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где C_1 — массовая доля серы в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

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

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

Лодочки фарфоровые № 2 по ГОСТ 9147 или корундовые. Перед применением лодочки прокаливают в токе кислорода 5 мин при температуре 1300—1350 °С.

Реометры стеклянные лабораторные по ГОСТ 9932.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Перед началом работы нагревают печь до температуры 1350 °С и проверяют установку на герметичность. Для этого в поглотительный сосуд и сосуд сравнения наливают по 110—120 $см^3$ раствора крахмала, в который предварительно прибавляют несколько капель титрованного раствора йодноватокислого калия до получения светло-голубой окраски. При помощи пробок и резиновых трубок соединяют все части установки и 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. Если пузырьки проходят, то необходимо сменить фарфоровую и соединительную трубки, протереть краны, смазать вакуумной смазкой и вновь проверить установку на герметичность.

Перед проведением анализа удаляют примесь серы из фарфоровой трубки и лодочки прокаливанием в токе кислорода при рабочей температуре печи. Лодочки помещают в наиболее горячую часть трубки и пропускают ток кислорода со скоростью 2,5—3 $дм^3$/мин. Полноту выгорания серы контролируют пропусканием газообразных продуктов через раствор крахмала, содержащий йодноватокислый калий. По мере обесцвечивания раствора прибавляют титрованный раствор йодноватокислого калия до устойчивой светло-голубой окраски. Конец выгорания серы определяют по прекращению обесцвечивания раствора.

Прокаленные лодочки хранят в эксикаторе. Раствор из поглотительного сосуда и сосуда сравнения сливают и промывают сосуд водой.

Для проверки правильности работы установки сжигают 2—3 навески стандартного образца флюса по методике, приведенной в разд. 4. Затем сжигают плавень для установления поправки контрольного опыта.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску флюса массой 1 г помещают в фарфоровую лодочку, покрывают плавнем в соотношении 1:2 (окиси меди). В поглотительный сосуд заранее наливают по 120 $см^3$ раствора крахмала, в который предварительно прибавляют 3—4 капли титрованного раствора йодноватокислого калия до получения светло-голубой окраски и пропускают кислород со скоростью 2,5—3 $дм^3$/мин. Если наблюдается ослабление окраски раствора в поглотителе, то прибавляют из бюретки по каплям титрованный раствор йодноватокислого калия до уравнивания окраски в обоих сосудах. Лодочку с навеской и плавнем с помощью крючка помещают в наиболее горячую часть фарфоровой трубки. Трубку закрывают резиновой пробкой. Навеску прогревают в печи в течение 1 мин без доступа кислорода, затем пропускают кислород с такой скоростью, чтобы уровень жидкости в поглотителе поднялся на 30—40 мм. Когда поступающий из печи в поглотительный сосуд сернистый газ начинает обесцвечивать раствор, из бюретки приливают по каплям раствор йодноватокислого калия с такой скоростью, чтобы голубое окрашивание раствора не исчезало во время сжигания. Титрование считают законченным, когда интенсивность окраски растворов в обоих сосудах будет одинаковой. Для проверки полноты сгорания навески кислород пропускают еще в течение 1 мин. Если интенсивность окраски не уменьшается, определение считают законченным, если уменьшается — титрование продолжают. После сжигания анализируемой пробы лодочку вынимают крючком из печи, раствор сливают из поглотительного сосуда и промывают сосуд водой. Для определения поправки контрольного опыта сжигают две параллельные навески плавня.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где C — массовая концентрация раствора йодноватокислого калия, выраженная в г/$см^3$ серы;

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

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

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение, %				
	погрешности результатов анализа Δ	двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях, $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,005 до 0,01 включ.	0,003	0,003	0,003	0,003	0,002
Св. 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,006	0,008	0,006	0,008	0,004
» 0,05 » 0,07 »	0,008	0,011	0,009	0,011	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. "Метод с применением автоматических анализаторов". **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10 марта 1976 г. № 662

Изменение № 2 принято 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 Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

2. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4202—75	2
ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 9932—75	2
ГОСТ 10163—76	2
ГОСТ 16539—79	2
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 21639.0—93	1.1
ГОСТ 24363—80	2
ТУ 6—09—4711—81	2

4. Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1986 г., августе 1996 г. (ИУС 2—87, 11—96)

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 13.03.98. Подписано в печать 08.04.98. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,51. Тираж 135 экз. С396. Зак. 252.

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