УДК 669.11—492.001.4 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения серы

Iron powder.
Methods for the determination of sulphur

ГОСТ 16412.5—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле серы от 0,005 до 0,05%) и кулонометрический (при массовой доле серы от 0,002 до 0,20%) методы определения серы в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески железного порошка в потоке кислорода при температуре 1300—1350°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, приведенная на чертеже, состоит из баллона с кислородом *1*, снабженного редукционным вентилем и манометром для пуска и регулирования потока кислорода *2*; поглотительной склянки *3*, содержащей раствор марганцовокислого калия с массовой долей 40%, для очистки кислорода, поступающего в печь; U-образной трубки *4*, содержащей в первой половине (по ходу кислорода) натронную известь, а во второй — хлористый кальций; крана для регулирования тока очищенного кислорода *5*; огнеупорной муллито-кремнеземистой трубки *6* внут-

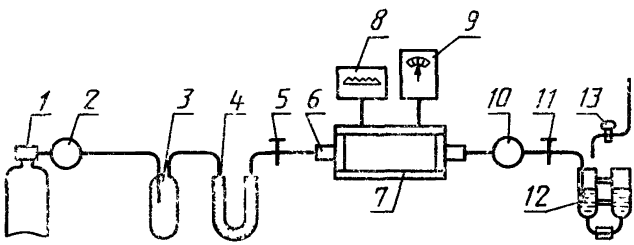
Издание официальное

Частоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

ренним диаметром, определяемым диаметром применяемого затвора и размерами лодочки. Концы трубки, выступающие из печи, должны быть не короче 250 мм. Трубка перед употреблением должна быть прокалена по всей длине при температуре 1300—1350°С в потоке кислорода; горизонтальной трубчатой печи *7* с карбидокремниевыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1300—1350°С; терморегулятора *8*, с помощью которого поддерживают постоянную температуру печи; регулятора напряжений *9* (допускается применять другие типы трубчатых печей, обеспечивающих необходимую температуру); пылеуловителя *10*; двухходового крана *11*, поглотителя *12*, 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 *13* вместимостью 25 см³.

Муфельную печь типа СНОЛ по нормативно-технической документации или любого другого типа, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 900°С.



Крючок, с помощью которого лодочки вводят в трубку для сжигания и извлекают из нее, изготавливают из жаропрочной низкоуглеродистой проволоки диаметром 3—5 мм и длиной 500—600 мм.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, прокаленные при температуре не ниже 900°С в течение 6 ч или при рабочей температуре в потоке кислорода в течение 2—3 мин.

Лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не следует покрывать смазывающим веществом. Полноту выжигания серы и ее соединений из лодочек контролируют пропусканием газо-

образных продуктов из печи через йодокрахмальный раствор. Конец выжигания серы определяют по прекращению обесцвечивания йодокрахмального раствора.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 4 %.

Известь натронная.

Кальций хлористый.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Титрованный раствор смеси йодноватокислого калия и йодистого калия; 0,0862 г йодноватокислого калия, 2 г йодистого калия и 0,4 г калия гидроксида помещают в стакан и растворяют в 1 дм³ воды. Раствор хранят в склянке из темного стекла. 1 см³ раствора соответствует 0,000062 г серы. Массовую концентрацию смеси йодноватокислого калия и йодистого калия устанавливают по стандартному образцу стали, близкому по химическому составу и массовой доле серы к анализируемому железному порошку. При определении массовой доли серы менее 0,01 % титрованный раствор разбавляют в соотношении (1 : 4), (1 : 6).

Массовую концентрацию раствора (T), выраженную в граммах серы на 1 см³ раствора, 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, см³;

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 4 % в растворе калия гидроксида с массовой долей 40 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,05 %; 0,5 г растворимого крахмала растирают в фарфоровой ступке с 50 см³ воды и вливают суспензию тонкой струей в 950 см³ кипящей воды. К полученному раствору приливают 15 см³ соляной кислоты. Применяют свежеприготовленный раствор.

Меди окись по ГОСТ 16539 порошкообразная или гранулированная, прокаленная при температуре (800±25) °С в течение 3—4 ч.

2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа установка должна быть проверена на герметичность при температуре 1300—1350 °С. Для этого соеди-

няют установку с баллоном, открывают баллон и пропускают кислород со скоростью 2 дм³/мин. Кран *5* переключают так, чтобы кислород поступал в печь. Кран *11* закрывают. Через 2 мин должно прекратиться выделение пузырьков в поглотительной склянке *3*. Если через 5 мин пузырьки не выделяются, установку считают герметичной. Затем определяют наличие восстановительных веществ в трубке и лодочке для сжигания пробы. Для этого в каждый сосуд поглотителя наливают по 120 см³ 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 в левой и правой частях поглотителя не станет одинаковой.

2.4. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 1 г помещают в 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 или затвором, через которую отводят газообразные продукты сжигания в поглотительный сосуд, и производят сжигание пробы. При этом кислород следует пропускать со скоростью 2 дм³/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, см³;

V_1 — объем раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — массовая концентрация раствора смеси йодноватокислого и йодистого калия, выраженная в г/см³;

m — масса навески железного порошка, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0013
Св 0,005 » 0,010 »	0,0017
» 0,010 » 0,020 »	0,0025
» 0,020 » 0,050 »	0,0040
» 0,050 » 0,100 »	0,0070
» 0,100 » 0,200 »	0,0100

3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески железного порошка в потоке кислорода при температуре 1300—1350°С. Образующийся сернистый газ поглощается поглотительным раствором и вызывает повышение кислотности и изменение ЭДС 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

Кулонометрическая установка любого типа со всеми принадлежностями (кулонометр, поглотительные сосуды, pH-метр, корректор массы), обеспечивающая точность проведения анализа, указанную в таблице. Массу навески устанавливают в зависимости от типа установки.

Печь трубчатая горизонтальная с карбидокремниевыми нагревателями, обеспечивающими температуру нагрева 1300—1350°С.

Трубка огнеупорная муллитокремнеземистая.

Муфельная печь типа СНОЛ по нормативно-технической документации или любого другого типа, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 900°С.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, прокаленные при температуре не ниже 900°С в течение 6 ч или при рабочей температуре в потоке кислорода в течение 2—3 мин.

Лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не следует покрывать смазывающим веществом.

Поглотительный и вспомогательный растворы готовят в соответствии с типом применяемой кулонометрической установки.

Меди окись по ГОСТ 16539, порошкообразная или гранулированная, прокаленная при температуре (800±25)°С в течение 3—4 ч.

3.3. Проведение анализа

Прибор подготовляют к работе в соответствии с инструкцией. Для удаления следов серы из установки перед началом анализа через установку пропускают поток кислорода и прокаливают трубку.

Навеску железного порошка массой 0,5—1 г переносят в фарфоровую лодочку, насыпают 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.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = A - A_1,$$

где A — показание цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески анализируемой пробы, %;

A_1 — среднее арифметическое значение показаний цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания плавня при проведении контрольных опытов, %.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Академией наук УССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Клименко, канд. техн. наук; **А. Е. Кущевский,** канд. хим. наук; **В. А. Дубок,** канд. хим. наук (руководитель темы); **В. И. Корнилова,** канд. хим. наук; **В. В. Гарбуз,** канд. хим. наук; **Л. Д. Бернацкая**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.05.91 № 692**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 16412.5—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4202—75	2.2
ГОСТ 4232—74	2.2
ГОСТ 5583—78	2.2
ГОСТ 9147—80	2.2; 3.2
ГОСТ 10163—76	2.2
ГОСТ 16539—79	3.2
ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 24363—80	2.2
ГОСТ 28473—90	Разд. 1

gost.e-ecolog.ru