УДК 669.27:546.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОЛЬФРАМ

Метод определения серы

Tungsten. Method for the determination of sulphur

ГОСТ 14339.2—82

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает фототитрометрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,0005 до 0,05 %) в металлическом вольфраме, вольфрамовом ангидриде, вольфрамовой кислоте, паравольфрамате аммония.

Метод основан на сжигании навески образца в токе кислорода при 1200—1350 °С. Сера сгорает до сернистого газа, который затем в абсорбционном сосуде поглощается водой с образованием сернистой кислоты. Сернистую кислоту оттитровывают раствором йода в йодистом калии в присутствии индикатора — крахмала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 29103.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения серы (черт. 1) состоит из баллона *1* с кислородом по ГОСТ 5583 с редуктором; ротаметра *2* типа РС-3А или РМ-А; склянки *3*, заполненной гранулированной двуокисью марганца; склянки *4*, заполненной аскаритом; загрузочного затвора *5*; двухтрубчатой печи *6* с селитовыми нагревателями или любой другой трубчатой печи, обеспечивающими нагрев до 1200—1350 °С; капиллярного дросселя *7*; пылевого фильтра *8* и анализатора *9*, состоящего из прибора типа ЛМФ-69 или любого другого типа с аналогичными характеристиками и блока автоматического титрования БАТ-15 или БАТ-12ЛМ со стеклянным барботером (черт. 2) и бюретки с автоматическим клапаном или автоматической бюретки Б-701.

Поглотительный сосуд по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см^3, с магнитной вертушкой.

Допускается использовать любой анализатор, обеспечивающий точность не ниже указанной в стандарте.

Лодочки фарфоровые ЛС-2 и ЛС-4 по ГОСТ 9147.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые внутренним диаметром 20—21 мм.

Микробюретка по ГОСТ 29251 вместимостью 2—5 см^3.

Склянки для промывания газов по ГОСТ 25336.

Аскарит.

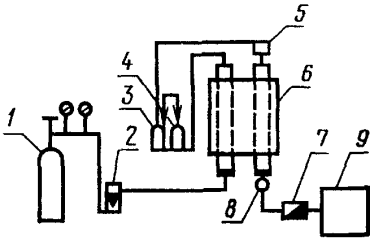
Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

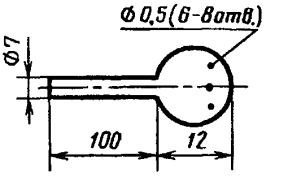
★

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

gost.e-ecolog.ru



Черт. 1



Черт. 2

Гранулированная двуокись марганца, приготовление двуокиси марганца по ГОСТ 14339.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,05 %-ный поглотительный раствор: 0,500 г крахмала растворяют в 50 см^3 воды, вливают в 500 см^3 горячей воды, кипятят, доливают раствор водой до 1000 см^3 и добавляют 5 см^3 соляной кислоты.

Йод по ГОСТ 4159, раствор: навеску йода массой 0,6 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, в которую предварительно помещают 4 г йодистого калия, растворяют, доливают водой до 1000 см^3 и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Титр раствора йода устанавливают по стандартному образцу и проверяют после сжигания десяти-двенадцати навесок.

Стандартные образцы категорий ГСО, ОСО, СОП, в которых содержание компонента не отличается от анализируемого более чем в два раза.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Фарфоровые лодочки прокаливают в токе кислорода при 1280 °С в течение 3 мин.

В поглотительный сосуд наливают 120 см^3 поглотительного раствора, помещают сосуд в гнездо анализатора, опускают в сосуд стержень мешалки и регулируют скорость перемешивания раствора.

Устанавливают расход кислорода 1000 см^3/мин.

Выход ЛМФ-69 соединяют с входом БАТа. На выход БАТа подключают бюретку-дозатор Б-701 или магнитный клапан, которым комплектуется БАТ.

Допускается применение только силиконовых, фторопластовых и полиэтиленовых трубок внутренним диаметром 2 мм. Участок трубки, пережимаемой магнитным клапаном, заменяют резиновой ниппельной трубкой длиной 15 мм.

Доводят цвет в поглотительном сосуде до синего (длина волны 440—460 нм). После этого сжигают две-три навески стандартного образца, содержащие серу.

Образцы вольфрамовой кислоты обезвоживают и прокаливают в течение 4 ч при (650±10) °С до вольфрамового ангидрида.

Образцы паравольфрамата аммония переводят в вольфрамовый ангидрид прокаливанием при (650±10) °С в течение 1,5 ч.

Вольфрамовый ангидрид сжигают в токе кислорода без предварительной обработки.

Образцы металлического вольфрама для удаления возможных загрязнений промывают в 5—10 см^3 спирта.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В зависимости от массовой доли серы берут навеску в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля серы, %	Масса навески анализируемого образца, г
От 0,0005 до 0,001	2,00
Св. 0,001 » 0,01	1,00
» 0,01 » 0,05	0,50

Свежепрокаленную фарфоровую лодочку с соответствующей навеской помещают в трубку для сжигания и на блоке автоматического титрования (БАТ) включают ручку (кнопка) «титрование». После того как прибор автоматически выключается, подсчитывают объем йода, израсходованный на титрование. Затем проводят сжигание следующей пробы.

По окончании анализа бюретку и поглотительный сосуд промывают водой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V - V_0)\, T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

V_0 — объем раствора йода, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$;

T — титр раствора йода, выраженный в $г/см^3$ серы;

m — масса навески, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,001	0,0002
Св. 0,001 » 0,003	0,0004
» 0,003 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,03	0,002
» 0,03 » 0,05	0,004

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.И. Вепринцев, С.Н. Суворова, Н.С. Бородин, Л.В. Михайлова, В.В. Султанян, Н.П. Аникеева, З.А. Исаева, В.И. Виноградов, В.Е. Чеботарев, В.А. Прилепская, Ю.А. Абрамов, Н.Б. Денисов, Л.М. Ефимов, З.К. Стегендо

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.09.82 № 3868**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14339.2—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4159—79	Разд. 2
ГОСТ 4232—74	Разд. 2
ГОСТ 5583—78	Разд. 2
ГОСТ 9147—80	Разд. 2
ГОСТ 10163—76	Разд. 2
ГОСТ 14339.1—82	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 29103—91	1.1
ГОСТ 29251—91	Разд. 2

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 27.09.91 № 1525**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1988 г. (ИУС 7—88)**

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.05.99. Подписано в печать 05.07.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,93.
Тираж 135 экз. С3272. Зак. 544.

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