

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

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°C. 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 йодновато-кислого и юдистого 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 трубы 4, содержащей в первой половине (по ходу кислорода) натронную известь, а во второй — хлористый кальций; крана для регулирования тока очищенного кислорода 5; опшупорной муллито-кремнеземистой трубы 6 внут-

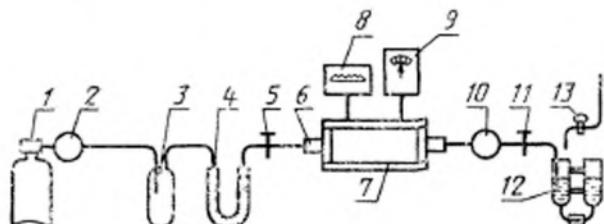
Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта ССР

С. 2 ГОСТ 16412.5—91

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°C в потоке кислорода; горизонтальной трубчатой печи 7 с карбидо-кремниевыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1300—1350°C; 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 барботером 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°C.



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°C в течение 6 ч или при рабочей температуре в потоке кислорода в течение 2—3 мин.

Лодочки хранят в экскаторе, 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

$$T = \frac{C_{ct} \cdot n}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где C_{ct} — массовая доля серы в стандартном образце, %;

n — 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.

Мези 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 соединяют

С.4 ГОСТ 16412.5—91

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;