

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 фототитриметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,0005 до 0,05 %) в металлическом вольфраме, вольфрамовом ангидриде, вольфрамовой кислоте, паравольфрамите 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 см³, 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 мулитокремнеземистые внутренним диаметром 20—21 мм.

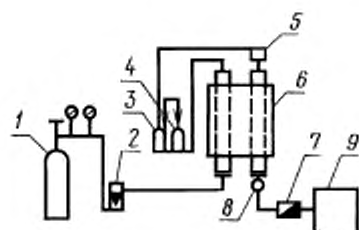
Микробюретка по ГОСТ 29251 вместимостью 2—5 см³.

Склянки для промывания газов по ГОСТ 25336.

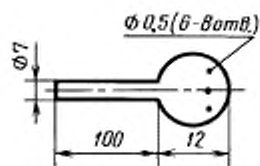
Аскарит.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.





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 см³ воды, вливают в 500 см³ горячей воды, кипятят, доливают раствор водой до 1000 см³ и добавляют 5 см³ соляной кислоты.

Йод по ГОСТ 4159, раствор: навеску йода массой 0,6 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, в которую предварительно помещают 4 г йодистого калия, растворяют, доливают водой до 1000 см³ 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, СОСО, 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 см³ поглотительного раствора, помещают сосуд в гнездо анализатора, опускают в сосуд стержень мешалки и регулируют скорость перемешивания раствора.

Устанавливают расход кислорода 1000 см³/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 обезвреживают 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 см³ 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, см³;

V_0 — объем раствора йода, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — титр раствора йода, выраженный в г/см³ 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. Анисеев, 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.И. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартыановой*

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