

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает нефелометрический, титриметрический и кулонометрический методы определения серы».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности пучка света, рассеянного взвешенными частицами сульфида свинца при длине волны 400 нм после предварительного восстановления сульфат-иона до сульфид-иона».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «выпаривают досуха» на «выпаривают до влажных солей»; «сухой остаток» на «влажный остаток»;

тринадцатый абзац. Заменить значение: 2 дм<sup>3</sup> на 2000 см<sup>3</sup>;

три последние абзаца изложить в новой редакции: «Раствор А: 1,109 г серно-кислого натрия, предварительно высушенного при температуре 105 °С, растворяют в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит примерно 1·10<sup>-3</sup> г серы.

Массовую концентрацию (титр) раствора А устанавливают гравиметрическим методом: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в стакан, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, 100—150 см<sup>3</sup> воды, нагревают раствор до кипения и вливают при энергичном перемешивании 20 см<sup>3</sup> горячего раствора хлористого бария. Раствор нагревают до кипения и оставляют на время не менее 3 ч для укрупнения осадка серно-кислого бария. Осадок отфильтровывают на плотный беззолный фильтр, промывают осадок на фильтре горячей водой до исчезновения хлорид-иона в промывных водах (проба с раствором азотно-кислым серебром). Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 800—900 °С до постоянной массы.

Массовую концентрацию (Т), г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m - m_1) \cdot 0,1373}{V}$$

где  $m$  — масса осадка сульфата бария, найденная в аликвотной части раствора, г;

$m_1$  — масса осадка сульфата бария, найденная в растворе контрольного опыта, г;

0,1373 — коэффициент пересчета массы серно-кислого бария на массу серы;

$V$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

Раствор Б готовят разведением водой раствора А в 100 раз».

Пункт 2.4. Последний абзац. Исключить слова: «в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм»; заменить слова: «оптическая плотность» на «светопоглощение»; «на фотоколориметре с синим светофильтром» на «при длине волны 400 нм»; «Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта и находят массовую долю серы по градуировочному графику» на «Массу серы в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу серы в растворе контрольного опыта».

Пункты 2.5, 2.6.2, 3.5.2 изложить в новой редакции: «2.5. Построение градуировочного графика

В реакционную колбу прибора вводят последовательно 0; 0,25, 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует (0; 2,5; 5,0;

10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0)·10<sup>-3</sup> г, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 20 см<sup>3</sup> раствора восстановительной смеси и далее в соответствии с п. 2.4.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам серы строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего серы.

2.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
От 0,0002 до 0,0004 включ.	0,0001	0,0002
Св. 0,0004 » 0,0008 »	0,0002	0,0003
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0003	0,0004
» 0,0015 » 0,0030 »	0,0005	0,0005
» 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001
» 0,006 » 0,012 »	0,002	0,002
» 0,012 » 0,025 »	0,004	0,004
» 0,025 » 0,050 »	0,008	0,008
» 0,05 » 0,08 »	0,01	0,01
» 0,08 » 0,20 »	0,02	0,02

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1».

Стандарт дополнить разделом — 4: «4. Метод кулонометрический (при массовой доле серы от 0,006 до 0,1 %)»

#### 4.1. Сущность метода

Метод основан на автоматическом кулонометрическом титровании поглощительного раствора по величине рН после сжигания навески анализируемой пробы в токе кислорода при температуре 1350—1400 °С с добавлением плавня (оксид ванадия).

#### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Анализатор типа АС-7932, в том числе в комплекте с автоматическими весами типа АВ-7301. Допускается применение приборов другого типа, обеспечивающих требуемую точность анализа.

Лодочки по ГОСТ 9147—80, предварительно прокаленные в токе кислорода при рабочей температуре в течение двух минут.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Магний хлорно-кислый (ангидрон), безводный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 М раствор.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—86.

Поглотительный раствор для анализатора АС-7932: 30 г бария хлористого, 70 г калия хлористого растворяют в 250 см<sup>3</sup> воды с добавлением 15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты в 20 см<sup>3</sup> пероксида водорода, затем доливают до 1000 см<sup>3</sup> водой.

(Продолжение см. с. 29)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.2—80)

Вспомогательный раствор: 200 г калия хлористого растворяют в 250 см<sup>3</sup> воды с добавлением 300 см<sup>3</sup> раствора пероксида водорода и затем доливают до 1000 см<sup>3</sup> водой.

Плавление: ванадия (V) оксид, предварительно прокаленный при температуре 400—450 °С в течение 3—4 ч.

#### 4.3. Проведение анализа

Анализатор приводят в рабочее состояние, проверяют герметичность всего газового тракта и включают прибор в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В течение 2—3 мин происходит автоматическое приведение величины рН поглотительного раствора к значению 3,3.

Для градуировки анализатора АС-7932 используют государственные стандартные образцы сталей типа углеродистой с массовой долей серы от 0,001 до 0,05 %. В процессе градуировки приборов учитывают показания, полученные в результате проведения контрольного опыта (сжигания в лодочке плавня).

После градуировки прибора определяют серу в стандартных образцах на никелевой основе или в стали.

Навеску анализируемой пробы массой 0,5000—1,000 г в зависимости от массовой доли серы (см. табл. 2) помещают в прокаленную фарфоровую лодочку и прибавляют 0,4 г плавня.

Лодочку с навеской анализируемого образца и плавнем помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, которую быстро закрывают металлическим затвором, нажимают на кнопку «сброс» и устанавливают показание индикаторного цифрового табло на «0».

Температура сжигания навески анализируемой пробы 1350—1400 °С.

Анализ считают законченным, если цифровые показания табло не изменяются в течение 1 мин или изменяются на величину холостого счета прибора.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Масса навески никеля, г
От 0,006 до 0,05 включ.	1,0000
Св. 0,05 » 0,1 »	0,5000

(Продолжение см. с. 30)

Для выполнения контрольного опыта в прокаленную фарфоровую лодочку помещают плавленый и сжигают при рабочей температуре в течение времени, затрачиваемого на сжигание навески анализируемого материала. При определении массовых долей серы от 0,0002 до 0,0008 % определение контрольного опыта проводят 3—5 раз в смену.

#### 4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1(a - a_1)}{m},$$

где  $m_1$  — масса навески, по которой отградуирован прибор, г;

$a$  — показание цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески анализируемого материала, %;

$a_1$  — среднее арифметическое значение показаний цифрового табло прибора, полученных при проведении контрольного опыта, %;

$m$  — масса навески кобальта, г.

При использовании анализатора в комплекте с автоматическими весами формула имеет вид  $X = a - a_1$ .

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода ( $d$ ), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода ( $D$ ), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1».

(ИУС № 2 1992 г.)