

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т****ВОЛЬФРАМ****Метод определения серы****ГОСТ  
14339.2—82**

Tungsten. Method for the determination of sulphur

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<sup>3</sup>, с магнитной вертушкой.

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

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

Трубы огнеупорные муллитокремнеземистые внутренним диаметром 20—21 мм.

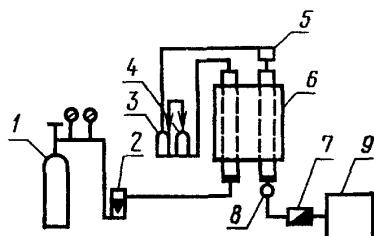
Микробюретка по ГОСТ 29251 вместимостью 2—5 см<sup>3</sup>.

Склянки для промывания газов по ГОСТ 25336.

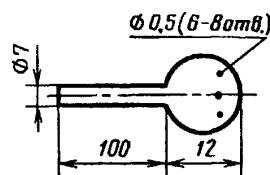
Аскарит.

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 ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

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

Йод по ГОСТ 4159, раствор: навеску йода массой 0,6 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, в которую предварительно помещают 4 г йодистого калия, растворяют, доливают водой до 1000 см<sup>3</sup> 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 °C в течение 3 мин.

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

Устанавливают расход кислорода 1000 см<sup>3</sup>/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) °C до вольфрамового ангидрида.

Образцы паравольфрамата аммония переводят в вольфрамовый ангидрид прокаливанием при (650±10) °C 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;  
 $V_0$  — объем раствора йода, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;  
 $T$  — титр раствора йода, выраженный в г/см<sup>3</sup> 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