УДК 669.28 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МОЛИБДЕН

Метод определения серы

Molybdenum.
Method for determination of sulphur

ГОСТ 14338.2—82

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.84
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фототитриметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,0005 до 0,05%) в металлическом молибдене, молибденовом ангидриде и молибденовокислом аммонии.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

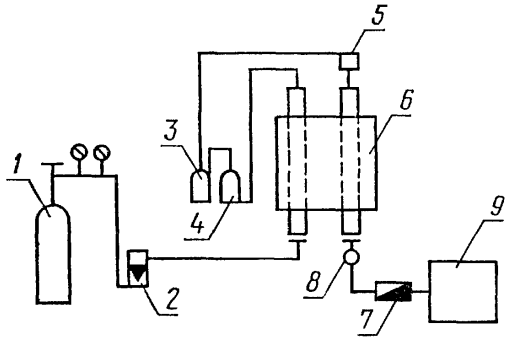
1.1. Общие требования к методу анализа по ГОСТ 14338.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

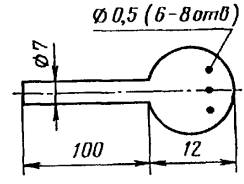
Установка для определения серы (черт. 1) состоит из баллона *1* с кислородом по ГОСТ 5583—78 с редуктором, ротаметра *2* типа РС-3А или РМ-А; склянки *3*, заполненной гранулированной двуокисью марганца; склянки *4*, заполненной аскаритом; загрузочного затвора *5*; двухтрубчатой печи *6* с селитовыми нагревателями или любой другой печи, обеспечивающей нагрев до температуры (1300±50)°С; капиллярного дросселя *7*; пылевого фильтра *8* и анализатора *9*, состоящего из прибора типа ЛМФ-69 или другого типа с аналогичными характеристиками и блока автоматическо-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

ю титрования БАТ-15 или БАТ-12ЛМ со стеклянным барбатером (черт. 2) и бюретки с автоматическим клапаном или автоматической бюретки Б-701.



Черт. 1



Черт. 2

В анализатор помещают поглотительный сосуд по ГОСТ 25336—82, вместимостью 150 см³ с магнитной вертушкой.

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

Лодочки фарфоровые ЛС-2 по ГОСТ 9147—80.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые с внутренним диаметром 20—21 мм.

Микробюретка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 2—5 см³.

Аскарит.

Склянки для промывания газов по ГОСТ 25336—82.

Гранулированная двуокись марганца, готовят по ГОСТ 14338.1—82.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Цинка окись по ГОСТ 10262—73.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,05%-ный водный раствор: 0,500 г крахмала растворяют в 50 см³ воды, вливают в 500 см³ горячей воды, кипятят, доводят объем раствора водой до 1000 см³ и добавляют 5 см³ соляной кислоты.

Йод по ГОСТ 4159—79, 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 объема 1000 см³ и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Титр раствора йода устанавливают по стандартному образцу и проверяют после сжигания девяти-двенадцати навесок.

Стандартные образцы категорий ГСО, ОСО, СОП, в которых

аттестованное содержание компонента не отличается от анализируемого более чем в два раза.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Фарфоровые лодочки и окись цинка 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-анализатор Б-701 или магнитный клапан, который комплектуется БАТ.

Допускается применять только силиконовые, фторопластовые и полиэтиленовые трубки с 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 металлического молибдена для удаления возможных загрязнений промывают в 5—10 см³ спирта.

Молибденовокислый аммоний прокаливают в муфельной печи при 400—450°С до полного окисления.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Таблица 1

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

Помещают навеску в свежепрокаленную фарфоровую лодочку. Перемешивают с прокаленной окисью цинка в соотношении 1 : 2. Лодочку помещают в трубку для сжигания и на блоке автоматического титрования (БАТ) включают ручку (кнопка) «титрование».

После того как прибор автоматически выключится, подсчитывают объем йода, израсходованный на титрование. Затем производят сжиганием 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

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

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, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
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

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Веприцев, С. Н. Суворова, Ю. А. Абрамов, Л. В. Михайлова, В. В. Султанян

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.09.82 № 3870

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14338.2—74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
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 10262—73	Разд. 2
ГОСТ 14338.0—82	1.1
ГОСТ 14338.1—82	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 20292—74	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2

5. Срок действия продлен до 01.01.92 Постановлением Госстандарта СССР от 21.04.88 № 1106

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