

НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ  
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ  
( ВНИИПТхимнефтеаппаратуры )



УТВЕРДАЮ  
Директор института  
В.А.Лавов

АТТЕСТАТ  
на методику выполнения измерений массовой доли  
серы в чугуне легированном, углеродистой, легированной  
и высоколегированной стали при контроле исходных  
материалов

РДСИ 929-02-93

Срок действия установлен с "I" декабря 1992  
до "I" декабря 1997

Заведующий отделом №29  
канд.техн.наук

 В.Л.Мирочник

Исполнители:  
по разработке методики  
выполнения измерений  
науч.сотрудник Т.Н.Очкова  
лаборант У разряда А.Н.Тушинская  
по метрологической экспертизе  
ведущий инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Болгоград 1992

Настоящий аттестат распространяется на нелегированные чугуны, углеродистые, легированные и высоколегированные стали и устанавливает объемный метод определения серы в диапазоне от 0,002 % до 0,25 %. Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

## I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.1. Общие требования к методам анализа по ГОСТ X28473-90 и ГОСТ 22536.0-87.

I.2. Отбор, подготовку и хранение проб проводят в соответствии с ГОСТ 7565-81.

I.3. Определение массовой доли серы в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках.

Случайная погрешность вззвешивания  $\pm 0,0002$  г.

Массовая доля серы в стандартном образце и анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза. Допускается получать большие количества анализируемого компонента путем употребления разных по величине навесок анализируемого материала и стандартного образца, если содержание анализируемого компонента в стандартном образце и в пробах отличается не более, чем в три раза.

Тип стандартного образца для контроля правильности устанавливает начальник химической лаборатории.

I.4. За окончательный результат анализа принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений при выполнении следующих требований к точности результатов:

- расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать величин, допускаемых для доверительной вероятности 0,95 расхождений, приведенных в таблице;

- воспроизведенная в стандартном образце массовая доля серы среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должны отличаться от аттестованной более чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Абсолютные допускаемые расхождения массовой доли  
серы при трех параллельных измерениях

Тип стали	Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Стали легированные и высоколегированные	От 0,005 до 0,02 Св 0,02 " 0,05	0,001 0,003
Сталь углеродистая и чугун нелегирован- ный.	От 0,002 до 0,004 Св 0,004 " 0,010 " 0,010 " 0,025 " 0,025 " 0,050 " 0,050 " 0,10 " 0,10 " 0,25	0,0015 0,0025 0,004 0,006 0,008 0,012

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п. I.4., проводят повторные измерения массовой доли серы. Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

## 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой доли серы в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали следует выполнять объемным методом, который основан на сжигании навески стали или чугуна в токе кислорода при температуре от 1200 до 1250 °C с поглощением образующейся двуокиси серы водой и титрования серной кислоты раствором йода или смесью йодоватокислого или йодистого калия в присутствии индикатора крахмала.

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Установка для определения серы.

Схема установки для определения серы приведена на чертеже I.

Установка для газообъемного определения содержания серы состоит из следующих элементов: баллона с кислородом I по ГОСТ 5583-73; редукционного вентеля для регулирования скорости поступления кислорода 2, трубчатой горизонтальной электропечи 7, обеспечивающей температуру нагрева не ниже 1250 °C; газонепроницаемой трубы 9 по ГОСТ 2620-73 из неглазурованного фарфора, внутренним диаметром 18 20 мм и длиной 750-900 мм. Концы трубок должны выступать наружу из печи не менее чем на 200-250 мм. Трубку закрывают с двух концов плотно пригнанными резиновыми пробками. В отверстия пробок вставляют стеклянные трубы, диаметром 5 мм; лодочек фарфоровых 6 (неглазурованных № 1 и № 2) по ГОСТ 9144-73, предварительно прокаленных в токе кислорода при рабочей температуре; термопары с терморегулятором или гальванометром 8; шарика, заполненного стеклянной или хлопчатобумажной ватой 10, для улавливания окислов железа и др., образующихся при сжигании наавески; промывной склянки с серной кислотой 4, промывной склянки с 40 %-ным раствором едкого калия 3; поглотительного сосуда 11, внутренним диаметром от 35 до 40 мм и высотой 150 мм, наполненного до половины дистиллированной водой с крахмалом и несколькими каплями йода, чтобы раствор окрасился в бледно-голубой цвет. Внизу поглотительный сосуд оканчивается стеклянным краном 13, необходимым для слива отитированного раствора, биретки 14, расположенной над поглотительным сосудом, сосуда с раствором для сравнения окраски.

3.3. Плавники: Олово по ТУ 6-09-2704-78, медь металлическая по ГОСТ 546-88, предварительно проверенные в условиях анализа на содержание серы.

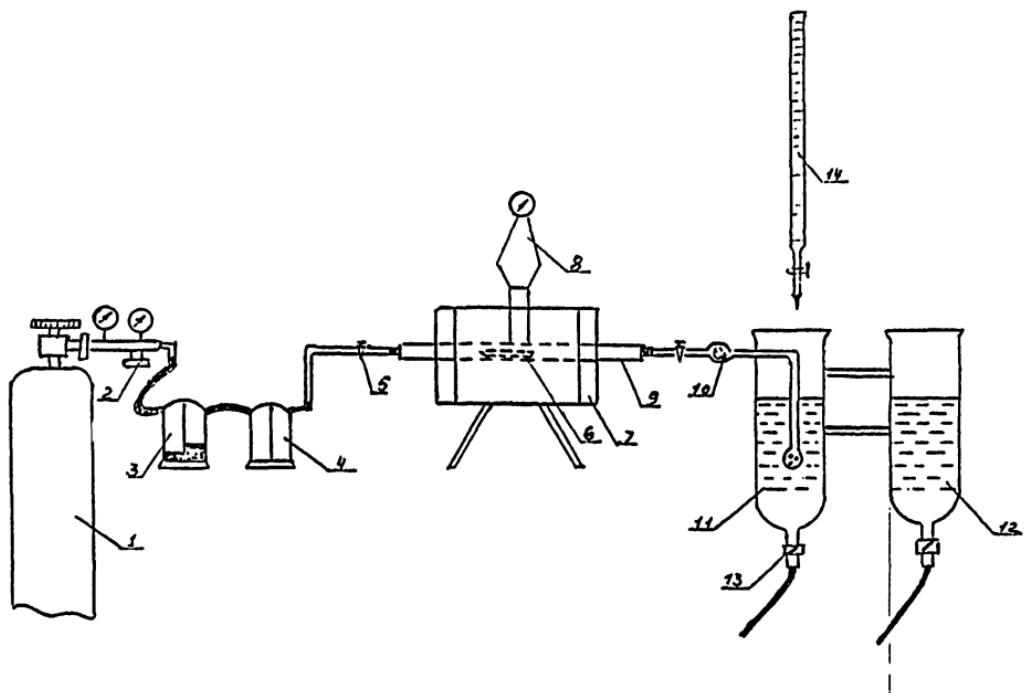
3.4. Крючок; с помощью которого лодочки с пробой помещают в фарфоровую трубку и извлекают из нее, изготовленный из износостойкой низкоуглеродистой проволоки диаметром 3-5 мм и длиной 500-600 мм.

3.5. Калий гидроокись (едкое кали) по ОСТ 6-01-301-74, раствор с массовой долей 40 %.

3.6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

3.7. Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76.

СХЕМА УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ



- 3.8. Калий йодистый по ГОСТ 4232-74.  
 3.9. Йод кристаллический по ГОСТ 4159-79.  
 3.10. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.  
 3.11. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770-74.

При изменении данной научно-технической документации реактивы, посуда и приборы мерные лабораторные должны удовлетворять требованиям введенной документации.

#### 4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИИ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Йод кристаллический, титрованный раствор: 1 г йода взвешивают в стаканчике с притертой пробкой, пересыпают в колбу с 5 г йодистого калия и 50 см<sup>3</sup> воды, после полного растворения йода раствор переводят в мерную колбу вместимостью 3000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Титр раствора йода устанавливают по стандартным образцам с известной массовой долей серы и химическим составом, близким по химическому составу к анализируемой пробе. Сжигание навесок стандартных образцов проводят в тех же условиях, что и анализ.

Титр раствора ( $T$ ), выраженный в г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{C \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100}$$

где  $C$  – массовая доля серы в стандартном образце, %;

$m$  – масса навески стандартного образца, г;

$V$  – объем раствора йода, израсходованный на титрование стандартного образца, см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>.

4.2. Йодо-крахмальный свежеприготовленный раствор: 5 г растворимого крахмала размешивают в стаканчике с 50 см<sup>3</sup> воды и тонкой струйкой вливают в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> с водой, нагретой до кипения. Охлажденный раствор переносят в колбу, разбавляют до 2000 см<sup>3</sup>, перемешивают, добавляют титрованный раствор йода до появления голубой окраски. Данный раствор является и раствором сравнения.

4.3. Калий гидроокись (едкое кали), раствор с массовой долей 40 %: 40 г реактива растворяют в 60 см<sup>3</sup> воды и перемешивают.

## 5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

### 5.1. Подготовка аппаратуры

Перед началом работы установку проверяют на герметичность. В трубке и лодочке для сжигания пробы определяют наличие летучих (восстановительных веществ). Для этого по достижении в печи температуры от 1200 до 1250 °С трубку закрывают с обеих сторон пробками, наливают в оба сосуда от 110 до 120 см<sup>3</sup> иодо-крахмального раствора, открыв кран, пропускают ток кислорода с такой скоростью, чтобы уровень жидкости в поглотительном сосуде поднялся на 30–40 мм.

Обесцвечивание раствора в поглотительном сосуде при пропускании кислорода в течение нескольких минут свидетельствует о выделении из трубы восстановительных газообразных веществ, реагирующих с йодом. В любом случае, не прекращая кислорода, приливают к поглотительному раствору титрованный раствор йода до тех пор, пока интенсивность окраски растворов в обоих сосудах не станет одинаковой. Для проверки правильности работы установки сжигают от 2 до 3 навесок стандартного образца стали или чугуна в присутствии плавния, затем сажают навеску плавния для внесения поправки в контрольный опыт.

### 5.2. Проведение анализа

Навеску стали (чугуна) массой от 0,5 до 1,0 г помещают в лодочку, равномерно распределяют по дну и покрывают равномерным слоем плавния в количестве от 0,5 до 1,0 г. Лодочку с пробой и плавнем при помощи крючка помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубы и немедленно закрывают трубку резиновой пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка для отвода газообразных продуктов сжигания в поглотительный сосуд.

Скорость пропускания кислорода составляет 2,5 л/мин.

В процессе горения навески наблюдают за изменением окраски жидкости в поглотительном сосуде, где происходит поглощение окислов серы. Во время сжигания окраска растворов в поглотительном сосуде должна быть все время близкой к окраске раствора сравнения. Для этого к раствору в поглотительном сосуде по мере уменьшения интенсивности окраски добавляют раствор йода до получения одинаковой интенсивности окраски в обоих сосудах. В этом случае титрование считают законченным. Для проверки полноты сгорания навески кислород продолжают подавать еще в течение минуты.

Если интенсивность окраски раствора не уменьшится, определение считают законченным, если уменьшится, титрование продолжают. После сжигания пробы лодочку вынимают крючком из печи, поглотительный раствор сливают из сосуда и промывают сосуд водой.

## 6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю серы  $X$  в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_2 - V_1)T \cdot 100}{m},$$

где  $V_2$  - объем раствора йода, израсходованный на титрование анализируемого образца, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  - объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;  
 $T$  - титр раствора йода, установленный по стандартным образцам и выраженный в г/см<sup>3</sup> серы;  
 $m$  - масса навески анализируемого образца, г.

## 7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли серы и обработке результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному справочнику.

## 8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

8.1. При выполнении измерений массовой доли серы в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали должны выполняться требования, которые установлены инструкцией по технике безопасности при работе в химической лаборатории, утвержденной главным инженером предприятия.

8.2. При работе с кислородными баллонами необходимо соблюдать инструкцию по безопасному обращению с газовыми баллонами.



**КОМИТЕТ  
Российской Федерации  
по машиностроению**

125047, Москва,  
1-я Тверская-Ямская ул., 1,3  
Для телеграмм: А-47  
Для телетайпа: ЛУЧ 207279

13.06.96. № 21/2-2-373

на № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

**Руководителям организаций  
(По списку)**

О снятии ограничения срока  
действия отраслевых документов  
по стандартизации

Управление по развитию химического и нефтяного машиностроения утвердило перечни отраслевых стандартов и руководящих технических материалов, с которых снимается ограничение срока действия.

Данное решение продиктовано необходимостью сохранения действующим фонда документов по стандартизации отраслевого уровня, не утративших своей технической актуальности, а также приведения их в соответствие с требованиями ГОСТ 1.4-93, который не устанавливает для таких документов ограничения срока действия.

В целях поддержания современного научно-технического уровня документов указанных в перечнях и информирования предприятий о снятии ограничения их срока действия ОБЪЯВЛЯЮ:

1. Разработчиков указанных документов (держателей подлинников), во мере необходимости осуществлять их проверку с целью внесения в них изменений, переиздания или отмены в установленном порядке, учитывая при этом современный уровень развития техники, предложения пользователей этими документами и потребителей продукции.

2. Головной организации отрасли по стандартизации АО "НИИхиммаш" представить в вышестоящую организацию по стандартизации информацию о снятии ограничения срока действия с отраслевых стандартов, указанных в перечне;

3. Ведущим организациям по стандартизации в соответствии со своей специализацией информировать предприятия о снятии ограничения срока действия документов, указанных в перечнях.

Приложение. 1. Перечень отраслевых стандартов.

2. Перечень руководящих технических материалов.

Начальник Управления по развитию  
химического и нефтяного машиностроения

В. Н. Бондарев

Исп. Сарычев С. А.  
Лт. 200-86-64

## Приложение

Перечень нормативно-технических документов,  
разработанных АООТ "ВНИПХимнефтеаппаратуры" и  
подлежащих снятию ограничения срока действия

ГОСТ 16098-80	✓ РТМ 26-378-81	ТУ 14-3-I074-82
ГОСТ 19664-74	РТМ 26-381-81	ТУ 26-0303-1532-84
ГОСТ 26182-84	РД 26-02-77-88	ТУ 929-46-93
ОСТ 26-5-88	РДМУ 26-07-01-78	РД 24.200.13-90
ОСТ 26-2079-89	РД 26-II-01-85	РД 24.200.04-90
ОСТ 26-II-03-84	РД 26-II-08-86	РД 24.200.II-90
ОСТ 26.260.454-93	РД 26-II-15-87	РД 24.942.02-90
ОСТ 26-II-09-85	РТМ 26-I7-034-84	✓ РДМ 929-01-93
ОСТ 26-II-10-93	РД 26-I7-048-85	✓ РДМ 929-02-93
ОСТ 26-II-II-86	РД 26-I7-049-85	✓ РДМ 929-03-93
ОСТ 26-II-14-88	РД 26-I7-051-85	✓ РДМ 929-04-93
ОСТ 26-I7-01-83	РД 26-I7-77-87	✓ РДМ 929-05-93
ОСТ 26-I7-027-88	РД 26-I7-78-87	✓ РДМ 929-06-93
ОСТ 26-I7-02-83	РД 26-I7-086-88	✓ РДМ 929-07-93
— РД 26-3-86	Ми 1400-86	✓ РДМ 929-08-93
— РД 26-4-87	ТУ 26-I7-034-87	✓ РДМ 929-09-93
— РД 26-8-87	ТУ 26-I7-035-87	✓ РДМ 929-10-93
РТМ 26-9-87	ТУ 26-I7-037-87	✓ РДМ 929-11-93
РДМ 26-15-80	ТУ 26-I7-047-88	✓ РДМ 929-12-93
— РТМ 26-44-82	ТУ 26-246-83	✓ РДМ 929-13-93
— РТМ 26-123-73	ТУ 26-37-80	✓ РДМ 929-14-93
— РТМ 26-160-73	ГОСТ 26421-85	✓ РДМ 929-15-93
✓ РТМ 26-168-81	ОСТ 26-02-1015-85	✓ РДМ 929-16-93
РТМ 26-225-75	РД РТМ 26-339-79	✓ РДМ 929-17-93
РТМ 26-298-78	РТМ 26-02-63-87	✓ РДМ 929-18-93
РТМ 26-303-78	ТУ 14-I-914-74	✓ РДМ 929-19-93
РТМ 26-I7-012-83	ТУ 14-I-2404-78	✓ РДМ 929-20-93
✓ РТМ 26-362-80	ТУ 14-I-2405-78	✓ РДМ 929-21-93
✓ РТМ 26-363-80	ТУ 14-I-3333-82	✓ РДМ 929-22-93
✓ РТМ 26-364-80	ТУ 14-I-4150-86	✓ РДМ 929-23-93
✓ РТМ 26-365-80	ТУ 14-I-4175-86	
— РТМ 26-366-80	ТУ 14-I-4181-86	
✓ РТМ 26-366-80	ТУ 14-I-4212-87	

✓ — снятие ограничения сроков действия - исходящий  
Указание по разрешению КИИ и ИЭЗР машин № 211272-373 от 13.06.96