

ГОСТ
11930.2-79*

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения серы

Hard-facing materials.
Method of sulphur determinationВзамен
ГОСТ 11930-66
в части разд. 7

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262
срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фототитриметрический метод определения серы (при массовой доле серы от 0,005 до 0,5%) в прутках для наплавки, порошках из сплавов для наплавки, смеси порошков для наплавки.

Метод предназначен для анализа прутков для наплавки марок: Пр-С27, Пр-С2, Пр-ВЗК, Пр-ВЗКР по ГОСТ 21449-75, порошков из сплавов для наплавки марок: ПГ-С27, ПГ-С1, ПГ-УС25, ПГ-ФБХ6-2, ПГ-СР2, ПГ-СР4 по ГОСТ 21448-75 и смеси порошков для наплавки марок: С2М, ФБХ6-2 по ГОСТ 11546-75.

Метод основан на сжигании навески образца в токе кислорода при 1250—1350°C. Сера, находящаяся в образце, сгорает до сернистого газа, который затем в абсорбционном сосуде поглощается водой с образованием сернистой кислоты, которую оттитровывают раствором йодит-йодата в присутствии индикатора—крахмала.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 11930.0-79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ.

Установка для определения серы (черт. 1) состоит из следующих элементов: баллона 1 с кислородом по ГОСТ 5583-78 с редуктором; ротаметра 2 типа РС-ЗА или РМ-А по ГОСТ 13045-81;

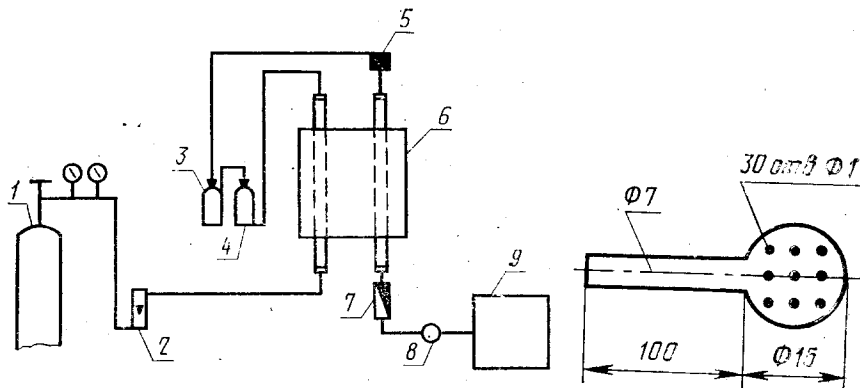
Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3-85).



печи двухтрубчатой 6 с селитровыми нагревателями, обеспечивающей температуру нагрева 1350—1400°C; промывной склянки 4, заполненной аскаритом; промывной склянки 3, заполненной гранулированной двуокисью марганца; загрузочного затвора 5; капиллярного дросселя 7; пылевого фильтра 8 и анализатора 9, в качестве которого используют приборы типа ЛМФ-69, ТФЛ-64 или ТФЛП-579 (67М), блока автоматического титрования БАТ-15 или БАТ-12ЛМ со стеклянным барбатером (черт. 2) и бюретки с автоматическим клапаном или автоматической бюретки.



Черт. 1

Черт. 2

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

Лодочки фарфоровые ЛС2 № 2 по ГОСТ 9147—80.

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

Склянки для промывания газов по ГОСТ 25932—79.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые по нормативно-технической документации.

Меди окись по ГОСТ 16539—79 или медь в виде проволоки, прокаленная в токе кислорода в течение 4—5 ч при 750—800°C.

Блок автоматического титрования БАТ-15 или БАТ-12ЛМ.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Вместо описанного анализатора можно использовать сосуд для сравнения.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,05%-ный водный раствор.

Марганец серноокислый по ГОСТ 435—77.

Гранулированная двуокись марганца; приготовление двуокиси марганца по ГОСТ 11930.1—79.

Поглотительный раствор; готовят следующим образом: к 1000 см³ водного раствора крахмала приливают 5 см³ соляной кислоты.

Йод по ГОСТ 4159—79, титрованный раствор; готовят следующим образом: навеску йода массой 0,6345 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, в которую предварительно помещают 4 г йодистого калия, растворяют, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Фарфоровые лодочки прокаливают в токе кислорода при 1300—1350°C в течение 3 мин.

Анализируемую пробу промывают спиртом и подсушивают.

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 1 дм³/мин.

Доводят цвет в поглотительном сосуде до синего (длина волны 440—460 нм).

После этого сжигают два образца с большим содержанием серы для стабилизации поглотительного раствора.

Титр раствора йода устанавливают по стандартному образцу СО-53Д, СО-274 или СО-339.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В зависимости от содержания серы в образце берут навеску массой в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля серы, %	Масса навески анализируемого образца, г
От 0,005 до 0,05	1,0
Св. 0,05 > 0,5	0,3

Навеску образца тщательно перемешивают с плавнем—окисью меди в соотношении 1:3.

Фарфоровую лодочку помещают в трубку для сжигания и на блоке автоматического титрования включают ручку «титрование».

После того как прибор автоматически выключается, подсчитывают объем йода, израсходованного на титрование. Затем производят сжигание следующей пробы.

По окончании анализов бюретку и поглотительный сосуд промывают дистиллированной 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 титрованного раствора йода, израсходованный на титрование, см³;

V_0 — объем титрованного 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 значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,05	0,002
Св. 0,05 > 0,5	0,011

Изменение № 2 ГОСТ 11930.2—79 Материалы наплавочные. Метод определения серы

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Раздел 2. Первый абзац. Исключить слова: «БАТ-15 или БАТ-12ЛМ со стеклянным барбатером (черт. 2)»; чертеж 2 исключить; девятый абзац изложить в новой редакции: «Медь (II окись проволока)

ч. д. а.»;

десятый абзац. Исключить слова: «БАТ-15 или БАТ-12ЛМ»;

тринадцатый абзац. Заменить слова: «0,05%-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 0,05 %»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Раздел 3. Седьмой абзац. Исключить слова: «СО-53Д, СО-274 или СО-339».

(Продолжение см. с. 44)

Пункт 5.1. Заменить слова: «титр раствора йода» на «массовая доля раствора йода».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,050 включ.	0,002
Св. 0,050 » 0,500 »	0,011

(ИУС № 3 1990 г.)