



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА
І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНІЙ**
Методи визначення сірки

ДСТУ 7751:2015

Видання офіційне



Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Державне підприємство «Український науково-технічний центр металургійної промисловості «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Н. Гриценко**, канд. хім. наук; **Г. Душенко**; **В. Мантула**; **О. Сніжко**; **С. Спіріна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Д. Сталінський**, д-р техн. наук

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.2–87)

Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
здля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації
без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 2016

ЗМІСТ

1 Сфера застосування.....	С.	1
2 Нормативні посилання		1
3 Загальні вимоги.....		2
4 Титриметричний йодид-йодатний метод визначення сірки.....		2
5 Кулонометричний метод визначення сірки		6
6 Метод інфрачервоно-абсорбційної спектроскопії визначення сірки.....		8
7 Норми точності.....		8
8 Вимоги до кваліфікації оператора		9
9 Вимоги щодо безпеки		9
Додаток А Технічні особливості індукційних печей та інфрачервоних аналізаторів, виготовлених для визначення сірки		10

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення сірки

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения серы

CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON

Methods for determination of sulphur

Чинний від 2016-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює титриметричний йодид-йодатний і кулонометричний методи та метод інфрачервоно-абсорбційної спектроскопії визначення масової частки сірки від 0,001 % до 0,40 % у сталі вуглецевій і чавуні нелегованому.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ДСТУ ГОСТ 546:2004 Катоди мідні. Технічні умови (ГОСТ 546-2001, IDT)

ДСТУ ГОСТ 859:2003 Мідь. Марки (ГОСТ 859-2001, IDT)

ДСТУ ГОСТ 5583:2009 (ІСО 2046-73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия (Кисень газоподібний технічний та медичний. Технічні умови) (ГОСТ 5583-78 (ІСО 2046-73), IDT)

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація і загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 435-77 Реактивы. Марганец (II) сернокислый 5-водный. Технические условия (Реактивы. Марганец (II) сірчаноокислий 5-водний. Технічні умови)

ГОСТ 860-75 Олово. Технические условия (Олово. Технічні умови)

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия (Реактивы. Ацетон. Технічні умови)

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактивы. Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 4159-79 Реактивы. Йод. Технические условия (Реактивы. Йод. Технічні умови)

ГОСТ 4202-75 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия (Реактивы. Калій йодноватокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактивы. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия (Реактиви. Калію йодид. Технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроксид. Технические условия (Реактиви. Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4470–79 Реактивы. Марганца (IV) окись. Технические условия (Реактиви. Марганцю (IV) оксид. Технічні умови)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода дистильована. Технічні умови)

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия (Посуд і обладнання лабораторні фарфорові. Технічні умови)

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия (Реактиви. Крохмаль розчинний. Технічні умови)

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови)

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия (Кислота соляна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия (Кислота сірчана особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия (Спирт етиловий ректифікований технічний. Технічні умови)

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия (Хлороформ. Технічні умови)

ГОСТ 20490–75 Реактивы. Калий марганцевоокислый. Технические условия (Реактиви. Калій марганцевоокислий. Технічні умови)

ГОСТ 22300–76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия (Реактиви. Ефіри етиловий і бутиловий оцтової кислоти. Технічні умови)

ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроксид. Технические условия (Реактиви. Калію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд і обладнання лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 29252–91 (ИСО 385-2–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания (Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Частина 2. Бюретки без установленного часу очікування).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу наведено в ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки сірки наведено в розділі 7.

4 ТИТРИМЕТРИЧНИЙ ЙОДИД-ЙОДАТНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ СІРКИ

4.1 Суть методу

Метод ґрунтується на спалюванні наважки проби у струмені кисню за температури від 1250 °С до 1350 °С, поглинанні діоксиду сірки водою і титруванні утвореної сірчистої кислоти розчином суміші йодноватокислого калію і йодиду калію або розчином йоду в присутності індикатору крохмалю.

4.2 Апаратура

Установка для титриметричного визначення сірки (рисунок 1), що має такі складові частини.

Балон із киснем або киснепровід 1, забезпечений редукційним вентиляем і манометром для пуску та регулювання струменя кисню.

Промивна склянка 2, що містить розчин марганцевокислого калію масовою концентрацією 40 г/дм³ у розчині гідроксиду калію масовою концентрацією 400 г/дм³.

Склянка Тищенко з концентрованою сірчаною кислотою 3.

U-подібна трубка 4, заповнена безводним хлоридом кальцію або ангідроном.

Допустимим є сухе очищення кисню, для цього замість склянок 2, 3, 4 застосовують хлоркальцієву трубку, колонку з аскаритом і U-подібну трубку, що містить у першій половині (за рухом газу) азбест, просочений діоксидом марганцю, у другій — ангідрон.

Ротаметр для вимірювання витрати кисню 5.

Горизонтальна трубчаста електропіч із силітовими нагрівачами, що забезпечують нагрівання до температури від 1250 °С до 1350 °С, 6.

Терморегулятор 7, за допомогою якого підтримують постійну температуру печі.

Регулятор напруги 8.

Допустимо застосовувати трубчасті печі будь-якого типу, що забезпечують необхідну температуру.

Вогнетривка мулітокремнеземиста або фарфорова трубка 9 — згідно з чинними нормативними документами, призначена для спалювання наважки, довжиною від 600 мм до 800 мм і внутрішнім діаметром від 20 мм до 22 мм. Кінці трубки мають виступати з печі не менше ніж на 200 мм з кожного боку. Трубку закривають металевими затворами або добре підігнаними гумовими пробками з отворами та з металевими наконечниками, які запобігають обгоранню пробок. В отвори пробок уставляють скляні або латунні з'єднувальні трубки.

Для видалення сірки з вогнетривкої трубки її перед використанням прожарюють по всій довжині в печі у струмені кисню за робочої температури.

Човник фарфоровий 10 — згідно з ГОСТ 9147, призначений для спалювання наважки, який витримує температуру 1350 °С. Перед застосуванням човник прожарюють у струмені кисню за робочої температури і зберігають в ексикаторі згідно з ГОСТ 25336. Шліф кришки ексикатора можна змащувати мастильними речовинами.

Фільтр 11 для поглинання твердих оксидів, що утворюються під час спалювання наважки та вилучаються з печі струменем кисню. Фільтр являє собою скляну посудину будь-якої форми, заповнену скляною або бавовняною ватою.

Мікробюретка 12 або бюретка місткістю 25 см³ згідно з ГОСТ 29252, що містить титрований розчин йодид-йодату калію або розчин йоду.

Поглинальна посудина 13 висотою від 250 мм до 265 мм і діаметром від 30 мм до 35 мм.

Посудина для розчину порівняння 14 висотою від 250 мм до 265 мм і діаметром від 30 мм до 35 мм.

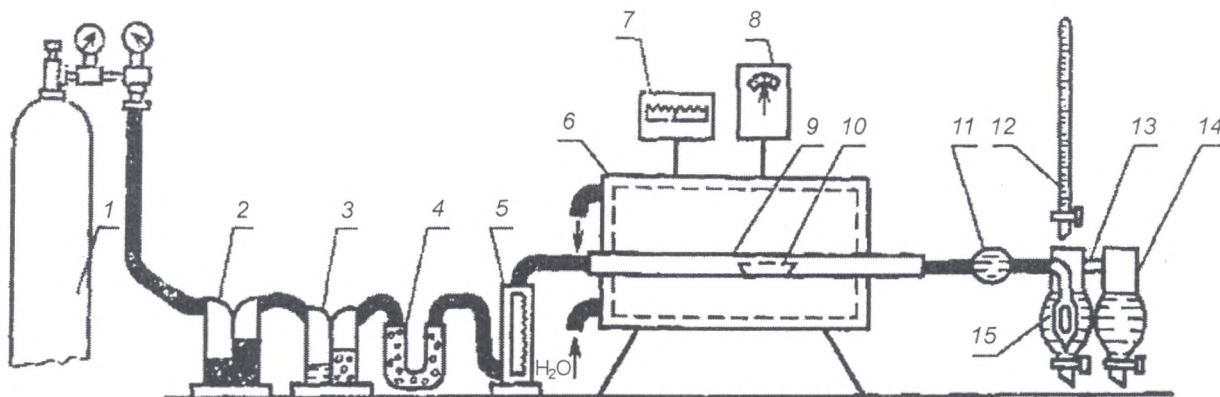


Рисунок 1 — Установка для визначення масової частки сірки йодид-йодатним методом

Прилад для титрування, що складається із двох скляних посудин (поглинальної посудини і посудини порівняння) однакової форми (рисунок 2).

У поглинальну посудину впаяно Г-подібну скляну трубку діаметром 7 мм, що закінчується барботером із поплавком 15 (рисунок 1), через яку в поглинальну посудину надходять газоподібні продукти згоряння. У поглинальній посудині відбувається поглинання і подальше титрування діоксиду сірки. У посудині порівняння міститься розчин порівняння для контролювання забарвлення розчину під час титрування. Титрувати можна і без розчину порівняння. У нижній частині посудини є кран для зливання розчину. Допустимо застосовувати поглинальну посудину іншої форми і без посудини порівняння.

Електропіч типу СНОЛ, що забезпечує температуру нагріву не нижче ніж 1000 °С — згідно з чинним нормативним документом.

Гачок для введення і виймання човників із трубки, який виготовляють із жароміцного низьковуглецевого дроту діаметром від 3 мм до 5 мм і довжиною від 500 мм до 600 мм.

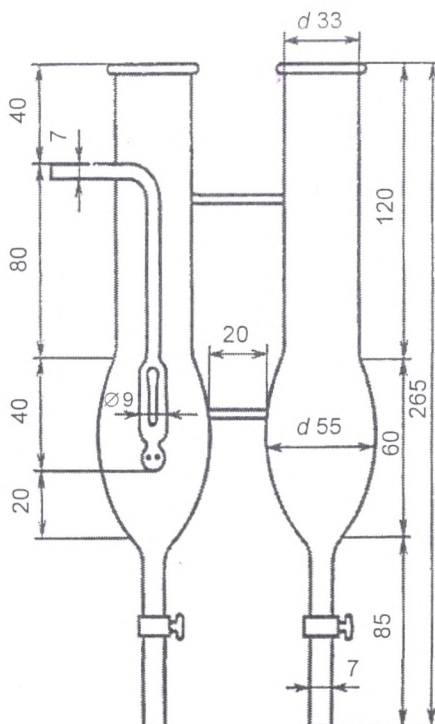


Рисунок 2 — Прилад для титрування

4.3 Реактиви та розчини

Кисень чистотою не менше ніж 99 % — згідно з ДСТУ ГОСТ 5583.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204 або ГОСТ 14262.

Калію гідроксид — згідно з ГОСТ 24363.

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328.

Марганцю діоксид — згідно з ГОСТ 4470.

Марганцю (II) сульфат 5-водний — згідно з ГОСТ 435.

Калій марганцевокислий — згідно з ГОСТ 20490. Розчин масовою концентрацією 40 г/дм³ у розчині гідроксиду калію масовою концентрацією 400 г/дм³ готують так: 40 г марганцевокислого калію розчиняють під час нагрівання у 700 — 800 см³ води. Після охолодження до розчину додають 400 г гідроксиду калію, розбавляють водою до 1000 см³ і перемішують. Розчин має бути свіжоприготовленим.

Кальцію хлорид — згідно з чинним нормативним документом.

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Аскарит (вапно натронне або натронний азбест) — згідно з чинним нормативним документом.

Магній хлорнокислий безводний (ангідрон) (Mg(ClO₄)₂) — згідно з чинним нормативним документом.

Азбест, просочений діоксидом марганцю, який використовують для заповнення поглинальної колонки, готують так: 13 г сульфату марганцю розчиняють у 50 см³ води і цим розчином просочують 90 г азбестового волокна, попередньо прожареного за температури від 800 °С до 1000 °С, додають 200 см³ води, у якій розчинено 7 г марганцевокислого калію, та кип'ятять протягом кількох хвилин. Потім фільтрують через ліжку Бюхнера, промивають водою до зникнення у фільтраті сульфатних солей (проба BaCl₂). Просочений діоксидом марганцю азбест висушують за температури 105 °С.

Крохмаль розчинний — згідно з ГОСТ 10163.

Розчин масовою концентрацією 0,5 г/дм³, свіжоприготовлений (застосовують під час титрування розчином суміші йодноватокислого калію і йодиду калію): 0,5 г розчинного крохмалю розтирають у фарфоровій ступці з 50 см³ води і отриману суспензію вливають тонкою цівкою у 950 см³ киплячої води. До отриманого розчину додають 15 см³ соляної кислоти, охолоджують і додають невеликими порціями, перемішуючи, розчин йодид-йодату калію до отримання блідо-блакитного кольору.

Розчин масовою концентрацією 1 г/дм³ (застосовують під час титрування розчином йоду): 1 г розчинного крохмалю розтирають у фарфоровій ступці з 50 см³ води й отриману суспензію вливають тонкою цівкою у 950 см³ киплячої води, додають дві краплі соляної кислоти та кип'ятять розчин 5 хв, охолоджують і додають невеликими порціями, перемішуючи, розчин йоду до одержання блідо-блакитного кольору.

Одним з отриманих розчинів заповнюють поглинальну посудину і посудину порівняння.

Калій йодноватокислий — згідно з ГОСТ 4202.

Калію йодид — згідно з ГОСТ 4232.

Калію йодид-йодат, розчин для титрування: 0,0862 г йодноватокислого калію, 17 г йодиду калію та 0,4 г гідроксиду калію розчиняють у воді, доводять об'єм розчину до 1 дм³ у мірній колбі та перемішують. Розчин зберігають у склянці з темного скла. Під час визначання масової частки сірки менше ніж 0,01 % вихідний титрований розчин розбавляють у співвідношенні 1:4 або 1:6.

Йод кристалічний — згідно з ГОСТ 4159, розчин для титрування: 1,9845 г йоду розчиняють з 15 г йодиду калію у 60 см³ води у колбі із притертою пробкою. Після повного розчинення йоду розчин перебивають у склянку з темного скла, доводять об'єм розчину водою до 5 дм³ і добре перемішують.

Масову концентрацію розчинів йодид-йодату калію або йоду встановлюють за стандартним зразком, близьким за хімічним складом і масовою часткою сірки до аналізованої проби. Наважки стандартних зразків спалюють у тих самих умовах, що й аналізують.

Масову концентрацію T , виражену в грамах сірки на 1 см³ розчину, обчислюють за формулою:

$$T = \frac{C_{\text{сз}} \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100}, \quad (1)$$

де $C_{\text{сз}}$ — масова частка сірки у стандартному зразку, %;

m — маса наважки стандартного зразка, г;

V — об'єм розчину йодид-йодату калію або йоду, витрачений на титрування розчину стандартного зразка, см³;

V_1 — об'єм розчину йодид-йодату калію або йоду, витрачений на титрування розчину контрольного дослідження, см³.

Плавні: олово — згідно з ГОСТ 860 або мідь — згідно з ДСТУ ГОСТ 546 і ДСТУ ГОСТ 859 у вигляді стружки, а також оксиди цих металів. Допустиме застосування інших плавнів. Усі плавні потрібно перевірити на вміст сірки.

Ефір етиловий — згідно з ГОСТ 22300.

Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ДСТУ 4221 або ГОСТ 18300.

Ацетон — згідно з ГОСТ 2603.

4.4 Підготування до аналізу

Піч нагрівають до робочої температури. Установку збирають за допомогою гумових трубок згідно з рисунком 1 і його описом (з'єднання мають бути максимально короткими) і перевіряють на герметичність.

Повноту випалювання сірки з фарфорової трубки і човника визначають у такий спосіб: у момент досягнення в печі температури від 1250 °С до 1350 °С трубку закривають з обох боків пробками, наливають в обидві посудини від 110 см³ до 120 см³ крохмального розчину блідо-блакитного кольору і, відкривши кран, пропускають струмінь кисню зі швидкістю 2,5 дм³/хв.

Знебарвлення розчину в поглинальній посудині під час пропускання кисню протягом кількох хвилин свідчить про виділення з трубки відновлювальних газоподібних речовин, що реагують із йодом. Не припиняючи подавання кисню, додають до поглинального розчину стандартний розчин йоду або суміші йодноватокислого калію і йодиду калію доти, доки інтенсивність забарвлення розчинів в обох посудинах не стане однаковою. Для перевіряння правильності роботи установки спалюють 2—3 наважки стандартного зразка сталі або чавуну в присутності плавня, як зазначено в 4.5. Потім спалюють наважку плавня для встановлення поправки контрольного дослідження. Перед початком роботи, а також після заміни фарфорових трубок спалюють дві-три довільні наважки проби.

4.5 Аналізування

Наважку сталі (чавуну), за потреби попередньо промиту ефіром або етиловим спиртом чи ацетоном і висушену на повітрі, масою від 0,5 г до 1,0 г вміщують у човник, рівномірно розподіляючи по дну, та покривають шаром плавня кількістю від 0,5 г до 1,0 г. Під час аналізування вуглецевих сталей допустимо спалювати без плавня.

Човник з наважкою проби і плавнем за допомогою гачка вміщують у найбільш нагріту частину фарфорової трубки, яку швидко закривають гумовою пробкою або затвором, що містить скляні або латунні трубки для підведення кисню. Спалюють наважку проби за температури від 1250 °С до 1350 °С. Швидкість проходження кисню становить 2,5 дм³/хв.

Під час спалювання наважки спостерігають за зміною кольору рідини в поглинальній посудині, де відбувається поглинання оксидів сірки. Колір розчину в поглинальній посудині має бути постійно схожим на колір розчину порівняння. Для цього до розчину в поглинальній посудині із зменшенням інтенсивності забарвлення додають розчин йодид-йодату калію або йоду до отримання однакової інтенсивності забарвлення в обох посудинах.

Титрування вважають закінченим, коли інтенсивність забарвлення розчинів в обох посудинах стане однаковою. Для перевіряння повноти згорання наважок кисень продовжують подавати ще протягом 1 хв. Якщо інтенсивність забарвлення розчину не зменшується, визначання вважають закінченим, якщо зменшується — титрування продовжують.

Після спалення проби човник виймають із печі гачком. Розплавлені оксиди мають вигляд щільної, однорідної маси, розташованої по всьому дну човника. В іншому разі потрібно взяти нову наважку і повторити спалювання. Поглинальний розчин зливають з посудини, промивають її водою і заповнюють свіжим розчином.

Треба постійно стежити за станом траси, очищаючи її від оксидів за потреби. Недопустимо використовувати зашлаковані трубки, тому що це може призвести до отримання занижених результатів. Завищені результати може бути спричинено недостатнім попереднім прожарюванням трубки та човника, а також обгоранням пробок.

Для внесення відповідної поправки в результат аналізу проводять контрольний дослід.

4.6 Опрацювання результатів

Масову частку сірки X_1 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

де V — об'єм розчину йодид-йодату калію або йоду, витрачений на титрування аналізованої проби, см³;
 V_1 — об'єм розчину йодид-йодату калію або йоду, витрачений на титрування розчину контрольного дослід, см³;
 T — масова концентрація розчину йодид-йодату калію або йоду, г/см³ сірки;
 m — маса наважки аналізованої проби, г.

5 КУЛОНОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ СІРКИ

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на спалюванні наважки проби у струмені кисню в присутності плавня за температури від 1250 °С до 1350 °С, поглинанні утвореного діоксиду сірки поглинальним розчином з відповідним початковим рівнем рН ~ 3,3 і подальшому вимірюванні на установці для кулонометричного титрування необхідної для відновлення початкового значення рН кількості електрики, що пропорційна масовій частці сірки в наважці аналізованої проби.

5.2 Апаратура

Кулонометрична установка (аналізатор) будь-якого типу з усім приладдям (кулонометр, поглинальна посудина, рН-метр, коригувач маси), що забезпечує точність результатів аналізу, передбачену цим стандартом. Технічні особливості наведено в додатку А.

Піч трубчаста горизонтальна, що забезпечує температуру нагріву 1350 °С. Допустимо застосовувати індукційні печі.

Трубки фарфорові або вогнетривкі мулітокремнеземисті довжиною від 600 мм до 800 мм і внутрішнім діаметром від 20 мм до 22 мм — згідно з чинним нормативним документом.

Ваги лабораторні або автоматичні (коригувач маси). У разі використання автоматичних ваг похибка вимірювання маси наважки не повинна перевищувати $\pm 0,001$ г.

Човники фарфорові — згідно з ГОСТ 9147.

Електропіч типу СНОЛ, що забезпечує температуру нагріву не нижче ніж 1000 °С, — згідно з чинним нормативним документом.

Перед застосуванням човник прожарюють у струмені кисню за робочої температури та зберігають в ексикаторі, шліф кришки якого не треба змащувати мастильними речовинами.

5.3 Реактиви та розчини

Кисень чистотою не менше ніж 99,0 % — згідно з ДСТУ ГОСТ 5583.

Поглиняльний і допоміжний розчини — згідно з доданою до приладу інструкцією і відповідно до типу застосованої кулонометричної установки.

Плавень — оксид ванадію (V). Допустимо застосовувати як плавень карбонільне радіотехнічне залізо згідно з ГОСТ 13610, а також вольфрам у разі використання індукційних печей. Усі плавні мають бути високої чистоти, і їх має бути перевірено на вміст сірки.

Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ДСТУ 4221 або ГОСТ 18300.

Ефір етиловий (медичний) — згідно з ГОСТ 22300.

Допустимо застосовувати інші леткі органічні розчинники: ацетон — згідно з ГОСТ 2603 або хлороформ — згідно з ГОСТ 20015.

5.4 Підготування до аналізу

Перед аналізуванням установку приводять у робочий стан згідно з інструкцією до аналізатора. Перевіряють герметичність газового тракту установки. Для видалення слідів сірки з установки перед початком роботи через установку пропускають струмінь кисню і прожарюють трубку. Пропускання кисню і прожарювання трубки виконують до отримання мінімального постійного показання приладу. Перед початком роботи, а також після заміни трубок для насичення системи спалюють дві-три довільні наважки проби з масовою часткою сірки від 0,10 % до 0,20 %. Градують аналізатор за стандартними зразками вуглецевих сталей.

Для контролювання правильності роботи установки перед початком роботи і через кожні 2—3 год під час роботи спалюють дві-три наважки стандартного зразка сталі або чавуну з відомою масовою часткою сірки, близькою до аналізованої.

5.5 Аналізування

У човник вміщують наважку проби масою від 0,25 г до 0,50 г залежно від масової частки сірки в пробі. Покривають наважку проби рівномірним шаром плавня. Співвідношення мас наважок плавня та проби становить 1:1 або 2:1.

За потреби, наважку рекомендовано попередньо промити ефіром або іншим летким органічним розчинником і висушити на повітрі.

Човник з наважкою проби і плавнем вміщують у найбільш нагріту частину фарфорової трубки, яку швидко закривають металевим затвором, натискають на клавішу «скидання» і спалюють наважку проби за температури від 1250 °С до 1350 °С.

Під час спалювання наважки проби на цифровому табло, установленому на «0» у момент початку спалювання, відбувається безперервний відлік показань. Аналізування вважають закінченим, коли показання цифрового табло не змінюються протягом однієї хвилини або змінюються на значення холостого відліку приладу, а стрілка індикатора рН установиться у вихідне положення.

Паралельно через усі стадії аналізування проводять контрольний дослід. Для цього у прожарений фарфоровий човник вміщують плавень — оксид ванадію (V) масою 0,25 г або 0,5 г — і спалюють його за робочої температури протягом часу, затраченого на спалювання наважки проби.

5.6 Опрацювання результатів

Масову частку сірки X_2 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot (A - A_1)}{m}, \quad (3)$$

де m_1 — маса наважки, за якою відградувано прилад, г;

A — показання приладу, отримані під час спалювання наважки аналізованої проби, %;

A_1 — середнє арифметичне значення показань приладу, отримане під час проведення контрольного дослід, %;

m — маса наважки аналізованої проби, г.

У разі використання коригувача маси формула набуває такого вигляду:

$$X_2 = A - A_1. \quad (4)$$

6 МЕТОД ІНФРАЧЕРВОНО-АБСОРБЦІЙНОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ ВИЗНАЧЕННЯ СІРКИ

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на спалюванні наважки проби у струмені кисню за температури від 1350 °С до 1700 °С та визначанні масової частки утвореного діоксиду сірки вимірюванням поглиненої ним інфрачервоної радіації.

6.2 Апаратура і реактиви

Автоматичний аналізатор будь-якого типу, заснований на принципі абсорбції інфрачервоної радіації, що забезпечує точність результатів аналізу, передбачену цим стандартом.

Кисень чистотою не менше ніж 99,0 % — згідно з ДСТУ ГОСТ 5583.

Ефір етиловий (медичний) — згідно з ГОСТ 22300.

Допустимо застосовувати інші леткі органічні розчинники: ацетон — згідно з ГОСТ 2603, хлороформ — згідно з ГОСТ 20015.

Плавень застосовують залежно від типу використовуваного аналізатора.

6.3 Підготування до аналізу

Перед аналізуванням установку приводять у робочий стан згідно з інструкцією до установки.

Прилад градуують за стандартними зразками сталей вуглецевих.

6.4 Аналізування

Аналізування проводять згідно з інструкцією до аналізатора.

За потреби наважку проби рекомендовано попередньо промити ефіром або іншим летким органічним розчинником і висушити на повітрі.

Для внесення відповідної поправки в результат аналізу проби проводять контрольний дослід.

6.5 Опрацювання результатів

Масову частку сірки X_3 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_3 = A - A_1, \quad (5)$$

де A — показання приладу, отримані під час спалювання наважки аналізованої проби, %;

A_1 — показання приладу, отримані під час спалювання плавня в контрольному досліді, %.

7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки сірки у сталі вуглецевій наведено в таблиці 1, а в чавуні нелегованому — у таблиці 2.

Таблиця 1

У відсотках

Масова частка сірки у сталі	Границя допустимої похибки результатів аналізу Δ	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізу, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень d_2	трьох паралельних визначень d_3	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення δ
Від 0,001 до 0,002 включ.	0,0008	0,0010	0,0008	0,0010	0,0005
Понад 0,002 » 0,005 »	0,0012	0,0015	0,0013	0,0015	0,0008
» 0,005 » 0,010 »	0,0016	0,0020	0,0017	0,0020	0,0010
» 0,01 » 0,02 »	0,0024	0,0030	0,0025	0,0030	0,0016
» 0,02 » 0,05 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,006	0,008	0,007	0,008	0,004

Кінець таблиці 1

Масова частка сірки у сталі	Границя допустимої похибки результатів аналізу Δ	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізу, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень d_2	трьох паралельних визначень d_3	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення δ
» 0,1 » 0,2 »	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
» 0,2 » 0,4 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010

Таблиця 2

У відсотках

Масова частка сірки в чавуні	Границя допустимої похибки результатів аналізу Δ	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізу, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень d_2	трьох паралельних визначень d_3	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення δ
Від 0,002 до 0,005 включ.	0,0012	0,0015	0,0013	0,0015	0,0008
Понад 0,005 » 0,010 »	0,0016	0,0020	0,0017	0,0020	0,0010
» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,006	0,008	0,007	0,008	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005
» 0,1 » 0,2 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010
» 0,2 » 0,4 »	0,024	0,030	0,025	0,030	0,015

8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

До роботи з обладнанням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устаткування і правила експлуатування електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і яких допущено до роботи у встановленому на підприємстві (організації) порядку.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час аналізування треба дотримуватися вимог щодо безпеки, викладених в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях з урахуванням специфіки аналізування, і розроблених згідно з ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010, ДСТУ 7237 та іншими чинними нормативними документами.

9.2 Під час роботи з використанням стисненого кисню потрібно дотримуватися чинних правил техніки безпеки:

- не допускати накопичування кисню в розігрітій зоні печі, що може призвести до вибуху; для цього після спалювання потрібно негайно видалити кисень з печі;
- не допускати розміщення балонів з киснем і електropечей в одній кімнаті;
- ретельно стежити за тим, щоб мастило не стикалося з киснем;
- електропроводка у місцях роботи з киснем має бути справною;
- під час роботи з киснем потрібно остерігатися насичення киснем одягу.

9.3 Основна небезпека під час спалювання проб — це опіки під час прожарювання човників і спалювання наважки. Потрібно використовувати гачок або щипці для видалення човників із фарфорової трубки.

ДОДАТОК А
(довідковий)ТЕХНІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ ІНДУКЦІЙНИХ ПЕЧЕЙ
ТА ІНФРАЧЕРВОНИХ АНАЛІЗАТОРІВ, ВИГОТОВЛЕНИХ
ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ СІРКИ

А.1 Джерело кисню (балон або киснепровід) повинне мати редукційний вентиль для регулювання тиску кисню, який подають у піч. При цьому регулятор тиску має бути розраховано на 28 кг/м^2 .

А.2 Пристрій для очищення кисню складається з поглинальної трубки, наповненої азбестом, просоченим гідроксидом натрію, для поглинання діоксиду вуглецю, та осушувальної трубки із хлорнокислим натрієм.

А.3 Вимірник газового потоку (реометр) розраховано на вимірювання в діапазоні від $0 \text{ дм}^3/\text{хв}$ до $4 \text{ дм}^3/\text{хв}$.

А.4 Високочастотна індукційна піч

А.4.1 Піч для спалювання складається з індукційної котушки та високочастотного генератора. Камера печі являє собою кремнеземисту трубку (зовнішній діаметр від 30 мм до 40 мм, внутрішній діаметр від 26 мм до 36 мм, довжина трубки від 200 мм до 220 мм), устанovelену всередину індукційної котушки. На кінцях трубок розміщено металеві пластини, закріплені металевими кільцями. У пластинках є вхідний і вихідний отвори для газу.

А.4.2 Високочастотний генератор потужністю від 1,5 кВт до 2,5 кВт може мати різну частоту залежно від конкретного виробника.

Застосовують частоти від 2 МГц до 6 МГц, 15 МГц або 20 МГц. Енергію від генератора подають на індукційну котушку, у якій міститься кремнеземиста трубка, охолоджена повітрям.

А.4.3 Тигель зі зразком і плавнем розміщують на підставці, розташованій так, щоб у разі її піднімання метал у тиглі перебував безпосередньо всередині індукційної котушки, що забезпечує ефективний зв'язок під час подавання енергії.

А.4.4 Діаметр індукційної котушки, кількість витків, розміри камери печі та потужність генератора визначає фірма-виробник.

А.4.5 Температура спалювання залежить як від чинників, зазначених в А.4.4, так і від властивостей металу в тиглі, від форми і маси аналізованого зразка.

А.5 Пиловловлювач призначений для очищення струменя кисню, що виходить із печі, від пилу та оксидів металів.

А.6 Інфрачервоний аналізатор

А.6.1 Для більшості приладів цього типу характерно, що газоподібні продукти спалювання переносяться в систему аналізатора безперервним струменем кисню. Потік газу проходить через комірку, де фотоелемент реєструє випромінювання, поглинуте діоксидом сірки в інфрачервоній області спектра; випромінювання вимірюють і підсумовують за заданий період часу. Сигнал перетворюється на відсотковий уміст сірки і виводиться на шкалу приладу.

А.6.2 У деяких аналізаторах продукти спалювання збираються в атмосфері кисню за контрольованого тиску в заданому об'ємі, і цю суміш аналізують на вміст діоксиду сірки.

А.6.3 Аналізатор зазвичай має електронний пристрій для устанovelення шкали приладу на нуль, компенсації холостого досліду, устанovelення нахилу калібрувальної кривої та корекції у випадку її нелінійності. Крім того, аналізатор зазвичай має пристрій для введення маси наважки стандартного зразка та аналізованої проби для автоматичної корекції зчитуваного результату. Прилади також може бути обладнано автоматичними вагами для зважування тиглів, наважок аналізованих проб і передавання значень їхніх мас у калькулятор.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: сталь вуглецева, чавун нелегований, сірка, методи аналізу, кулонометричний метод, наважка, плавень, температура.

Редактор **О. Ніколаєнко**
Верстальник **Т. Олексюк**

Підписано до друку 25.04.2016. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. *706* Ціна договірна.

Виконавець

Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647