

**Изменение № 3 ГОСТ 1652.9—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения серы**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 02.12.92 № 1525**

**Дата введения 01.07.93**

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: (СТ СЭВ 2239—80) на (ИСО 7266—84).

Вводную часть дополнить абзацем: «Допускается проводить определения серы в медно-цинковых сплавах по ИСО 7266—84 (см. приложение)».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 25086—87.

Пункт 2. Заменить обозначение: М на моль/дм<sup>3</sup>.

Пункты 2, 4. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 4.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Массовая доля серы, %	<i>d</i> , %	<i>D</i> , %
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0004	0,0006
Св. 0,002 » 0,004 »	0,0006	0,0008
» 0,004 » 0,01 »	0,0008	0,001
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,02 » 0,05 »	0,005	0,007

(Продолжение см. с. 20)

*(Продолжение таблицы № 3 к ГОСТ 1652.0 77)*

Пункты 4.2, 5.4. Заменить слова: « $d$  — показатель сходимости» на « $(d$  — сходимость)».

Пункты 4.3, 5.5. Заменить слова: « $D$  — показатель воспроизводимости» на « $(D$  — воспроизводимость)».

Пункты 4.2б, 5.6 изложить в новой редакции: «4.2б. (5.6). Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) сталей, никелевых и медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315—91, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить приложением:

*(Продолжение см. с. 21)*

**ИСО 7266—84**  
**Медь и медные сплавы. Определение серы**  
**Титриметрический метод с сжиганием**

**1. Область применения**

Стандарт устанавливает титриметрический метод определения серы в меди и медных сплавах с сжиганием пробы.

Метод применим при массовой доле серы более 0,010 %.

**2. Сущность метода**

Сжигают навеску пробы в кислороде при 1250 °С. Поглощают образовавшиеся при сжигании газы разбавленным раствором перекиси водорода. Титруют образовавшуюся серную кислоту боратом натрия в присутствии раствора смешанного индикатора метилового красного и метиленового синего.

**3. Реактивы**

При анализе используют реактивы квалификации ч. д. а. и дистиллированную воду или деионизированную воду.

3.1. Перекись водорода, раствор 3 г/дм<sup>3</sup>.

Разбавляют 10 см<sup>3</sup> перекиси водорода (30 % по массе) до 1000 см<sup>3</sup> водой.

3.2. Серная кислота, раствор 0,0025 моль/дм<sup>3</sup>.

Разбавляют 14 см<sup>3</sup> серной кислоты ( $\rho = 1,84$  г/см<sup>3</sup>) до 1000 см<sup>3</sup>. Затем разбавляют 10 см<sup>3</sup> этого раствора до 1000 см<sup>3</sup>.

3.3. Борат натрия, стандартный раствор

Растворяют 1,1895 г бората натрия ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) в воде и разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью на 1000 см<sup>3</sup>.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора содержит 100 мкг серы.

3.4. Смешанный индикатор

Растворяют 0,120 г метилового красного и 0,080 г метиленового синего в 100 см<sup>3</sup> этанола.

**4. Аппаратура**

Обычная лабораторная аппаратура с дополнением.

4.1. Бюретка на 25 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>

4.2. Аппаратура для определения серы (черт. 1), состоящая из следующих частей

4.2.1. Кислородная склянка с регулятором давления и расходомером (*D*). Кислород не должен содержать серы.

4.2.2. Трубки для очистки газа (*A*<sub>1</sub> и *A*<sub>2</sub>). Трубка *A*<sub>1</sub> заполнена асбестом, обработанным гидроокисью натрия. Нижняя часть трубки *A*<sub>2</sub> на три четверти высоты заполнена пятиокисью фосфора. Эти два вещества разделены пробкой из стеклянной ваты.

4.2.3. Двухходовой кран (*R*) с трубками диаметром 3—4 мм, позволяющий кислороду поступать в трубку *T* для сжигания, а газам, выделяющимся при сжигании, поступать в трубку-барботер *B*.

4.2.4. Ртутный затвор (*S*) с равновесной склянкой и предохранительной трубкой. Уровень ртути с помощью равновесной склянки устанавливается таким образом, чтобы при наличии изоляции при открытом кране *R* раствор из трубки для сжигания поступал с расходом 2,5 дм<sup>3</sup>/мин. При открытом кране *R* создается избыточное давление и ртутный затвор работает до достижения нормального давления.

(Продолжение см. с. 22)

4.2.5. Буферная емкость ( $V$ ) для выравнивания давлений.

4.2.6. Трубка для сжигания ( $T$ ), изготовленная из непористого жаростойкого материала, в которую помещается лодочка с пробой для сжигания.

4.2.7. Лодочка для сжигания, предварительно прокаленная при  $1250^\circ\text{C}$  в токе кислорода.

4.2.8. Трубчатая печь ( $F$ ), способная поддерживать температуру нагретой части трубки для сжигания  $T$   $1250^\circ\text{C}$ , с металлической охлаждаемой головкой для трубки для сжигания (черт. 3).

4.2.9. Стеклоянная выводная трубка того же диаметра, что и трубка для сжигания  $T$ , соединенная с трубкой для сжигания резиновой муфтой ( $b$ ).

4.2.10. Охлаждаемый водой змеевик ( $\gamma$ ) для охлаждения газов, выделяющихся при сжигании.

4.2.11. Гибкая пластиковая трубка для всех постоянных соединений.

4.3. Аппарат для поглощения газов, состоящий из следующих частей (черт. 1 и 2).

4.3.1. Поглотительный сосуд емкостью  $250\text{ см}^3$ .

4.3.2. Барботерная трубка ( $B$ ) с отверстиями по  $0,05\text{ мм}$  у одного конца (черт. 2), погруженная в раствор перекиси водорода.

4.3.3. Выходной кран ( $C$ ) между трубками для очистки газа  $A_1$  и  $A_2$  и барботерной трубкой  $B$ . С помощью этого крана можно поддерживать небольшой поток кислорода в поглотительный сосуд, предотвращая тем самым проникновение раствора перекиси водорода в барботерную трубку  $B$ .

## 5. Проведение анализа

### 5.1. Навеска пробы

Взвешивают ( $1 \pm 0,001$ ) г пробы в лодочке для сжигания. В сплавах с высоким содержанием цинка (латуней) добавляют в лодочку к навеске пятикратное количество по массе чистого олова.

### 5.2. Холостая проба

Прокаливание трубки для сжигания и лодочек для сжигания устраняет необходимость в холостой пробе, но для сплавов с высоким содержанием цинка проводят холостую пробу с таким же количеством по массе олова в лодочке для сжигания.

### 5.3. Методика определения

Нагревают печь  $F$  до  $1250^\circ\text{C}$ . Убедившись, что змеевик для охлаждения  $\gamma$  работает, соединяют трубку для сжигания  $T$  у обоих концов.

Открывают краны  $R$  и  $C$  и пропускают через систему кислород с расходом  $2,5\text{ дм}^3/\text{мин}$ , регулируя его с помощью регулятора давления и расходомера  $D$ .

Закрывают кран  $R$  и уменьшают расход кислорода до  $0,5\text{ дм}^3/\text{мин}$  с помощью крана  $C$ . В поглотительный сосуд вводят  $40\text{ см}^3$  раствора перекиси водорода,  $160\text{ см}^3$  воды и от 4 до 6 капель смешанного раствора индикатора. Погружают барботерную трубку  $B$  в этот раствор. Если необходимо, доводят индикатор до фиолетового цвета добавлением раствора серной кислоты.

Открывают кран  $R$  и пропускают через систему кислород с расходом  $2,5\text{ дм}^3/\text{мин}$  в течение 2 мин для вытеснения двуокиси углерода. При необходимости регулируют регулятор давления и расходомер  $D$ .

Закрывают кран  $R$  и добавляют в поглотительный сосуд раствор бората натрия. Цвет индикатора должен измениться от фиолетового через синий до зеленого. Прекращают добавлять раствор, когда цвет индикатора изменится от синезеленого до ярко-зеленого.

Удаляют пробку головки печи. Помещают лодочку для сжигания, содержащую навеску пробы, в наиболее горячую зону печи с помощью прутка из жаростойкого металла.

Закрывают пробкой трубку для сжигания и выжидают 2 мин. Медленно открывают кран *R*. Пропускают кислород через трубку для сжигания в течение 2 мин, затем закрывают кран *R*. Вынимают пробку, а затем лодочку для сжигания.

Раствор в поглотительном сосуде титруют раствором бората натрия до ярко-зеленого цвета индикатора.

#### 5.4. Контрольное измерение

Предварительную проверку аппарата проводят, используя стандартный образец или искусственную пробу, содержащую известное количество серы. Определение проводят в соответствии с пп. 5.1—5.3.

#### 6. Обработка результатов

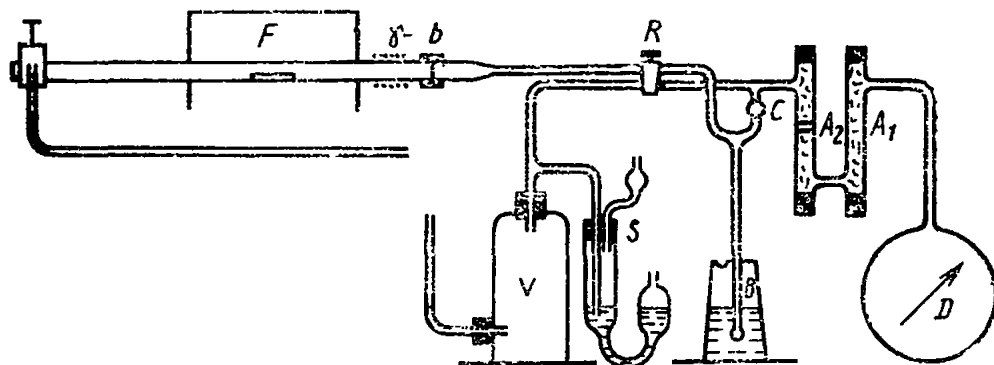
Массовую долю серы в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{V \cdot 0,0001}{m} \cdot 100 = \frac{V}{100m},$$

где *V* — объем раствора бората натрия, использованного для титрования, см<sup>3</sup>;  
*m* — масса навески пробы, г;

0,0001 — масса серы, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора бората натрия, г.

В сплавах с высоким содержанием цинка рассчитанная массовая доля серы должна быть уменьшена на массовую долю серы в холостой пробе олова.



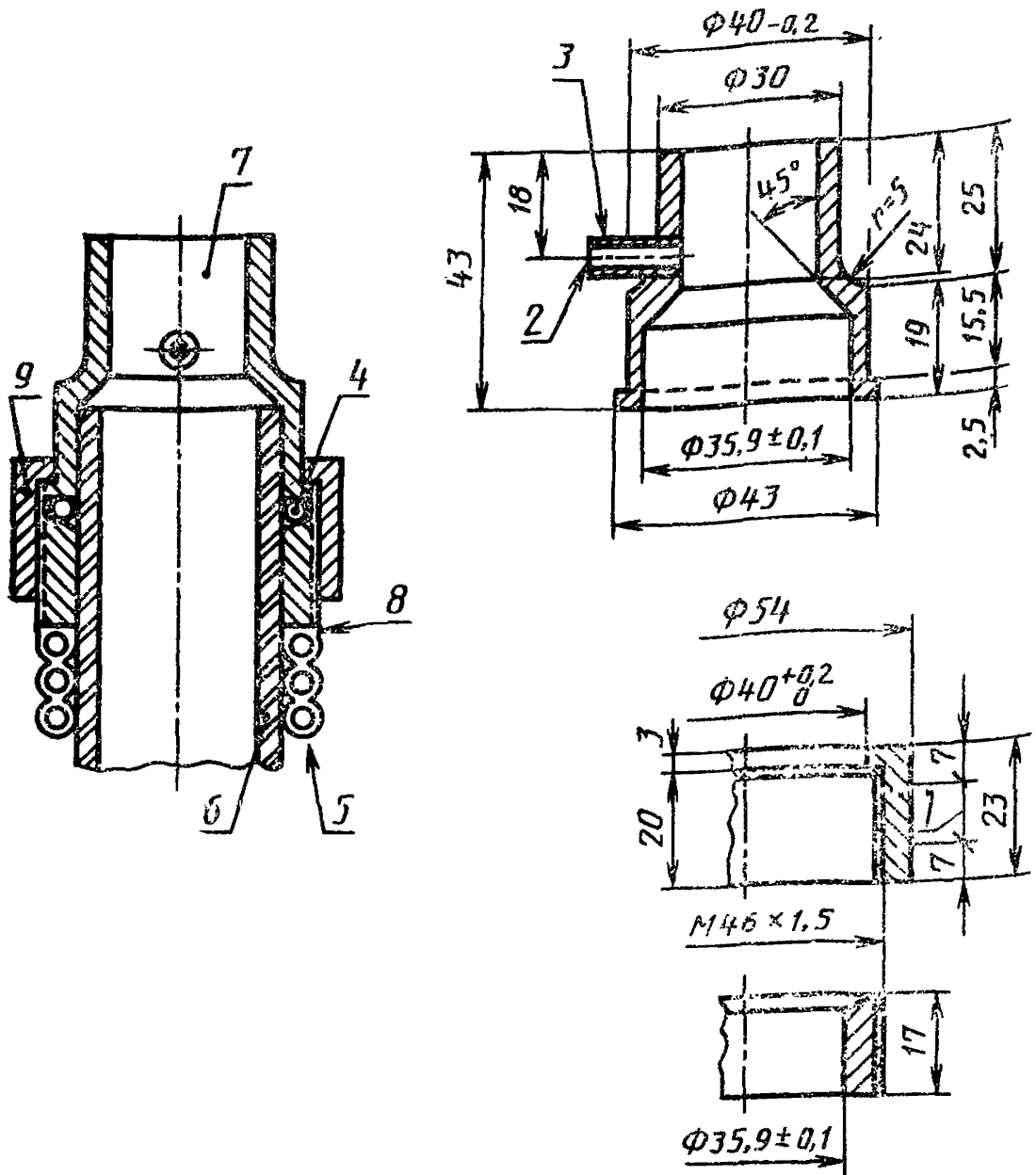
Черт. 1

*A*<sub>1</sub>, *A*<sub>2</sub> — трубки для очистки газа; *B* — барботерная трубка; *C* — выходной кран; *D* — регулятор давления и расходомер; *b* — резиновая муфта; *γ* — охлаждающий змеевик; *F* — печь для сжигания; *S* — ртутный затвор и предохранительная трубка; *R* — двухходовый кран; *V* — буферная емкость для выравнивания давления; *T* — трубка для сжигания



Черт. 2

(Продолжение см. с. 24)



Черт. 3

1 — развальцовка на ширину 10 мм; 2 — медная трубка 6×4, припаянная; 3 — ввод кислорода; 4 — фланцевое соединение; 5 — медная трубка для пропускания воды 6×4; 6 — жаростойкая трубка; 7 — стеклянная пробка с совпадающим радиусом, в соответствии с внешним размером трубки для сжигания; 8 — пайка твердым припоем; 9 — фиксатор

## 7. Замечания к методике определения

7.1. Анализ медных сплавов с высоким содержанием цинка

(Продолжение см. с. 25)

*(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 1652.9—77)*

Метод может быть использован для медных сплавов с высоким содержанием цинка, в частности, к медно-цинковым сплавам (латуням). При анализе таких сплавов в лодочку для сжигания к навеске пробы добавляют пятикратное количество по массе чистого олова.

Если эта предосторожность не соблюдена, то цинк при нагревании будет перегоняться и образовавшийся при этом оксид цинка будет мешать определению серы.

7.2. Предварительная обработка трубок для сжигания

Трубка должна быть прокалена при температуре сжигания (1250 °С) или путем перемещения трубки в печи по ее длине.

7.3. Прокаливание лодочек для сжигания

Прокаливание должно быть выполнено в тот же день, когда лодочка используется. Лодочки должны храниться в эксикаторе. Отсутствие серы должно быть проверено с помощью холостых опытов.

*(Продолжение см. с. 26)*

#### **7.4. Повторные определения**

При одной и той же барботерной трубке и том же поглотительном растворе можно выполнять серию в 5 или 6 определений. Для уменьшения потерь времени до минимума следующую навеску можно вводить сразу же, как только закончится сжигание предыдущей навески, а титрование можно проводить в течение двухминутной паузы.

#### **8. Отчет об анализе**

Отчет о проведении анализа должен содержать:

методику отбора проб;

применяемый метод анализа;

полученные результаты и метод их расчета;

все характерные особенности, замеченные при анализе;

все проделанные операции, не предусмотренные настоящим стандартом, или же считающиеся побочными».

(ИУС № 3 1993 г.)