



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ КОКСОВАНИЯ ХИМИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ

ГОСТ 6263—80

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ КОКСОВАНИЯ ХИМИЧЕСКИЕ

Метод определения общей серы

Cool chemical products.
Method for the determination
of total sulphur.

ГОСТ
6263—80*

Взамен
ГОСТ 6263—69

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1980 г. № 657 дата введения установлена

01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт распространяется на химические продукты коксования (жидкие и твердые) и устанавливает метод определения массовой доли общей серы.

Определение массовой доли общей серы основано на сжигании навески вещества в токе воздуха или кислорода, окислении образовавшегося сернистого ангидрида перекисью водорода и последующем определении серной кислоты методом титрования.

Метод позволяет определять массовую долю общей серы не менее 0,05 %.

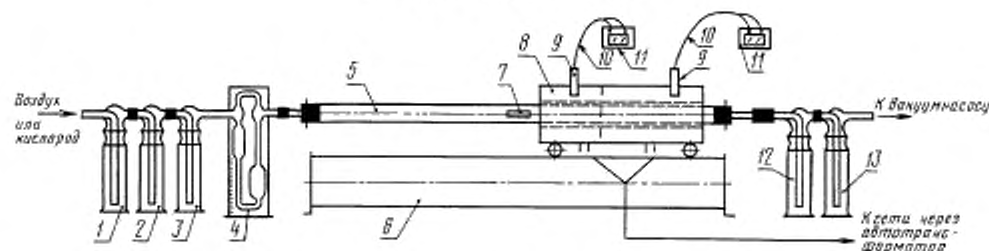
1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Прибор для определения серы (см. чертеж) состоит из следующих частей:

печь электрическая трубчатая горизонтальная подвижная двухсекционная, длиной $(275 \pm 1,5)$ мм, диаметром отверстия $(30 \pm 1,5)$ мм, обеспечивающая температуру нагрева первой секции печи 400—450 °C, второй секции печи 800—850 °C;

термометр термоэлектрический любого типа;

Прибор для определения серы



1, 2, 3 — склянки для очистки воздуха; 4 — реометр; 5 — кварцевая или фарфоровая труба; 6 — подставка для печи; 7 — фарфоровая лодочка; 8 — электрическая трубчатая печь; 9 — отверстие для термометра; 10 — термоэлектрический термометр; 11 — милливольтметр; 12, 13 — поглотительные склянки

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*Переиздание (июнь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1998

милливольметр по ГОСТ 9736—91;

автотрансформатор лабораторный, типа РНО-250—2, РНО-250—05 или аналогичный;

труба кварцевая или фарфоровая, длиной 700—800 мм, наружным диаметром 18—22 мм;

склянки поглотительные и для очистки воздуха по ГОСТ 25336—82;

реометр стеклянный лабораторный по ГОСТ 9932—75.

Вакуум-насос лабораторный любого типа или насос водоструйный по ГОСТ 25336—82 или

общая магистраль для нагнетания или отсоса воздуха.

Лодочка фарфоровая по ГОСТ 9147—80, типа ЛС или пробирка кварцевая длиной (65 ± 5) мм,

диаметром 6,3—7,0 мм, изготовленная из кварцевой трубы.

Проволока нихромовая длиной 700 мм, диаметром 2—3 мм, загнута с одной стороны крючком.

Микробюретка по ГОСТ 29251—91, вместимостью 5 см³.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74.

Пипетки по ГОСТ 29227—91.

Весы лабораторные общего назначения 1-го и 2-го классов точности по ГОСТ 24104—88 с

наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583—78, в баллоне.

Вещество инертное: окись алюминия, кирпич ИНЗ-600, фракции 0,25—0,5 мм, или глина шамотная, прокаленные при 900 °С. Шамотную глину измельчают в ступке до размеров частиц 0,25—0,5 мм.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 0,05 г/см³.

Индикаторы: метиловый красный, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,002 г/см³ и метиленовый синий, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см³, взятые в соотношении 1:1; нитромазо, водный раствор с массовой концентрацией 0,002 г/см³.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой концентрацией 0,03 г/см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч., раствор с массовой концентрацией 0,3 г/см³ и с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³; поправку на титр раствора с концентрацией 0,01 моль/дм³ определяют по водному раствору серной кислоты.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, поправку на титр определяют по водно-спиртовому раствору серной кислоты в присутствии индикатора нитромазо.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805—84.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, водный раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ и водно-спиртовой раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ в растворе изопропилового спирта с массовой концентрацией 0,5 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Для очистки воздуха или кислорода в склянку 1 наливают раствор марганцовокислого калия с массовой концентрацией 0,05 г/см³, в склянку 2 — раствор гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,3 г/см³, склянку 3 оставляют пустой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Для улавливания продуктов сжигания в поглотительные склянки 12 и 13 наливают по 40 см³ раствора перекиси водорода и по 3—4 капли индикаторов метилового красного и метиленового синего или их смеси (склянка 13 является контрольной).

В случае определения массовой доли общей серы в продуктах, содержащих примеси азотистых соединений, в поглотительные склянки 12 и 13 наливают по 40 см³ раствора перекиси водорода, по 40 мл изопропилового спирта и по 3—4 капли индикатора нитромазо.

2.3. Раствор перекиси водорода перед анализом нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ в присутствии индикаторов метилового красного и метиленового синего или их смеси до перехода окраски раствора от фиолетовой до зеленой. В случае анализа продуктов, содержащих азотистые соединения, перекись водорода нейтрализуют раствором хлористого бария в присутствии индикатора нитромазо до перехода окраски раствора от сине-фиолетовой до бирюзовой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Очистительные и поглотительные склянки соединяют между собой и с печью встык с помощью резиновых трубок. Все резиновые трубки и пробки должны быть тщательно вымыты и прокипачены в дистиллированной воде.

Собранный прибор проверяют на герметичность. Для этого отводную трубку контрольной склянки 13 присоединяют к вакуум-насосу, просасывают воздух через весь прибор и закрывают отводную трубку очистительной системы. При этом не должны появляться пузырьки воздуха в поглотительных склянках с жидкостью.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Пробу твердого продукта предварительно измельчают до тонкого порошка.

Навеску продукта помещают в лодочку (равномерно распределяя по всей длине) или в пробирку, предварительно заполненные наполовину инертным веществом, и быстро засыпают слоем того же инертного вещества.

Масса навески в зависимости от предполагаемой массовой доли серы в анализируемом продукте и погрешность взвешивания указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля серы в продукте, %	Масса навески, г	Погрешность взвешивания, г
От 0,05 до 0,1	Около 0,2	±0,0002
Св. 0,1 * 0,5	* 0,1	±0,0002
* 0,5 * 1,0	* 0,05	±0,0002
* 1,0	* 0,01	±0,00005

Для взвешивания навески массой 0,01 г используют весы только 1-го класса точности.

(Изменения редакция, Изм. № 1).

3.2. Лодочку или пробирку с навеской помещают в кварцевую или фарфоровую трубу и продвигают ее проволокой к печи, примерно на середину трубы, быстро присоединяют все поглотительные склянки и пропускают через систему воздух со скоростью около 0,5 дм³/мин или кислород со скоростью 0,15—0,20 дм³/мин.

Предварительно нагретую печь с температурой первой секции 400—450 °С и второй секции 800—850 °С медленно и равномерно надвигают на лодочку и полностью сжигают продукт.

Сжигание проводят в течение 25—30 мин. Для отдельных продуктов (стирольно-инденовой смолы и других) в зависимости от физико-химических свойств и массовой доли серы — до 60 мин.

Полноту сжигания контролируют по цвету раствора в поглотительной склянке 13, который к концу сжигания восстанавливается от фиолетового до первоначального зеленого.

После сжигания отключают подачу воздуха, отсоединяют поглотительные склянки и титруют содержимое поглотительной склянки 12 0,01 н. раствором гидроокиси натрия до перехода фиолетовой окраски в зеленую.

Если сжигают продукты с примесями азотистых соединений, содержимое поглотительной склянки 12 титруют раствором хлористого бария до перехода сине-фиолетовой окраски в бирюзовую.

При массовой доле серы свыше 10 % содержимое поглотительной склянки 12 количественно переводят дистиллированной водой в мерную колбу, доводят объем колбы водой до метки и титруют аликвотную часть раствора.

3.3. Перед анализом и при замене реактивов проводят контрольный анализ в таких же условиях, с таким же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю общей серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00016032 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия или хлористого бария с молярной концентрацией эквивалента точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V₁ — объем точно 0,01 н. раствора гидроокиси натрия или хлористого бария, израсходованный на титрование в контрольном анализе, см³;

V₂ — объем раствора в мерной колбе, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, см³;

0,00016032 — масса серы, соответствующая 1 см³ точно 0,01 н. раствора гидроокиси натрия или хлористого бария, г;

m — масса навески анализируемого продукта, г.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Правильность результатов анализа устанавливают методом добавок известного количества элементной серы в виде твердого вещества или раствора к анализируемой пробе.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение при доверительной вероятности $P=0,95$ %	
	для одной лаборатории	для разных лабораторий
От 0,05 до 0,2	0,02	0,03
Св. 0,2 * 0,5	0,04	0,05
* 0,5 * 1,5	0,05	0,06
* 1,5 * 5,0	0,20	0,30
* 5,0 * 15,0	0,25	0,35

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.07.98. Подписано в печать 26.08.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,46.
Тираж 76 экз. С1041. Зак. 661.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102