ГОСТ 30355.6—96
(ИСО 5793—78)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания хлоридов. Фотометрический метод

Издание официальное

БЗ 4—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Институт горно-химической промышленности» (ОАО «Горхимпром» — Украина)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ИСО 5793—78 «Сера техническая. Определение содержания хлоридов. Фотометрический метод»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 25 февраля 1999 г. № 50 межгосударственный стандарт ГОСТ 30355.6—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Назначение и область применения 1
2 Сущность метода 1
3 Реакции 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура 2
6 Методика определения 2
6.1 Отбор и подготовка проб 2
6.2 Построение калибровочного графика 2
6.3 Определение 3
6.4 Контрольный опыт 3
7 Обработка результатов определения 3
8 Протокол определения 4
Приложение А Нормативные ссылки 5

Введение

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 5793—78 (первое издание) «Сера техническая. Определение содержания хлоридов. Фотометрический метод» с дополнительными требованиями и изменениями, отражающими потребности экономики страны, а именно:

- предусмотрено применение стандарта для сертификации технической серы;
- наименования единиц физических величин приведены в соответствие с требованиями ГОСТ 8.417;
- указаны конкретные наименования, типы и марки аппаратуры и реактивов (вместо приведенных допускается использовать другие методы, средства измерений и лабораторное оборудование, показатели качества которых соответствуют требованиям международного стандарта);
- расширены требования и приведены пояснения для облегчения вычисления результатов определения;
- приведена формула для определения массовой доли хлоридов в технической сере;
- приведен перечень использованных при разработке стандарта нормативных документов.

Технические отклонения в тексте напечатаны вразрядку, а дополнительные требования и изменения — полужирным курсивом.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания хлоридов. Фотометрический метод

Sulphur for industrial use. Determination of chloride content.
Photometric method

Дата введения 2000—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает ***фотометрический*** метод определения содержания (***массовой доли***) хлоридов в технической сере.

Метод применим к технической сере, содержание (***массовая доля***) хлоридов в которой в пересчете на хлор (Cl) более 2 мг/кг **(0,0002 %)**.

Стандарт пригоден для целей сертификации.

2 Сущность метода

Выделение хлоридов кипячением пробы в водном растворе пропанола-2.

Количественное замещение тиоциан-ионов (SCN^-) в тиоцианате ртути (II) ионами хлора (Cl^-), содержащимися в аликвоте экстракционного раствора. Реакция ионов SCN^- и нитрата железа (III) с образованием тиоцината железа (III) (красного).

Фотометрическое измерение интенсивности окраски раствора проводят при длине волны ~450 нм.

3 Реакции

$2\ Cl^- + Hg(SCN)_2 \rightarrow HgCl_2 + 2\ SCN^-$;

$3\ SCN^- + Fe(NO_3)_3 \rightarrow 3\ NO_3^- + Fe(SCN)_3$.

4 Реактивы

Приготовление и хранение реактивов должно проводиться в атмосфере, свободной от хлора и соляной кислоты.

Для определения используются только реактивы квалификации ч. д. а. и дважды перегнанная дистиллированная вода (***дистиллированная вода по ГОСТ 6709, дважды перегнанная по ГОСТ 4517)*** либо вода эквивалентной степени чистоты.

4.1 Пропанол-2 (изопропанол) ***по ГОСТ 9805.***

4.2 Кислота азотная ***плотностью*** ρ ***= 1,40 г/см³ по ГОСТ 11125,*** раствор с ***массовой долей*** 68 %, т. е. 14 н. раствор (***концентрации с*** $(HNO_3) = 14$ ***моль/дм³***) с содержанием (***массовой долей***) хлоридов в пересчете на хлор (Cl) не более 0,5 мг/кг ($5 \cdot 10^{-5}$ %).

4.3 Железа (III) нитрат, раствор, содержащий 8 г железа (Fe) в 1 ***дм³***.

В коническую колбу вместимостью 500 *см³* наливают 80 *см³* воды и добавляют 4,0 г железной проволоки с содержанием (*массовой долей*) железа не менее 99,5 %. Осторожно доливают 80 *см³* раствора азотной кислоты (4.2). Содержимое колбы медленно нагревают в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу до кипения. Кипятят до прекращения реакции и выделения паров азотной кислоты. Раствор обесцвечивают добавлением нескольких капель раствора пероксида водорода с *массовой долей* 30 % *по ГОСТ 10929,* снова кипятят в течение ~5 мин и охлаждают. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 *см³,* доливают водой до метки и перемешивают.

4.4 Ртути (II) тиоцианат, раствор 0,5 *г/дм³.*

0,100 г тиоцианата ртути (II) ($Hg(SCN)_2$), взвешенного с точностью до 0,001 г, растворяют, перемешивая, в 180 *см³* воды при температуре 50 °С.

Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 *см³,* доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

4.5 Натрия хлорид *по ГОСТ 4233,* стандартный раствор, содержащий 0,100 г *хлора* (Cl) в 1 *дм³.*

0,165 г хлорида натрия, предварительно высушенного при температуре 500 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 *см³,* растворяют в небольшом объеме воды, доливают водой до метки и перемешивают.

1 *см³* стандартного раствора содержит 0,1 мг *хлора* (Cl).

4.6 Натрия хлорид, стандартный раствор, содержащий 10 мг *хлора* (Cl) в 1 *дм³.*

20,0 *см³* стандартного раствора хлорида натрия (4.5) переносят в мерную колбу вместимостью 200 *см³*, доливают водой до метки и перемешивают.

1 *см³* стандартного раствора содержит 0,01 мг *хлора* (Cl).

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

5 Аппаратура

Лабораторная посуда должна быть тщательно промыта раствором азотной кислоты (4.2), а затем дважды перегнанной дистиллированной водой.

Аппаратура:

- колбы конические вместимостью 50 и 500 см³ по ГОСТ 19908;

- колбы мерные вместимостью 50, 200, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 1770;

- пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см³ по ГОСТ 29227;

- цилиндры вместимостью 25, 100 и 200 см³ по ГОСТ 1770;

- капельница 1 ХС по ГОСТ 25336;

- эксикатор по ГОСТ 25336;

- тигель Н—100 или чаша 100 по ГОСТ 19908;

- дефлегматор ХПТ 1-100-14/23 по ГОСТ 25336;

- сито с сеткой 025 Н по ГОСТ 6613;

- весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104;

- набор гирь общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 7328 массой 210 г;

- плитка одноконфорочная по ГОСТ 14919 или водяная баня;

- электрическая печь сопротивления типа СНОЛ, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева (500±25) °С;

- бумага фильтровальная.

5.1 Спектрофотометр *типа СФ* или

5.2 Фотометр для измерения светопропускания, обеспечивающий максимальное пропускание при длине волны ~ 450 нм.

6 Методика определения

Калибрование и определение проводят в атмосфере, свободной от хлора и соляной кислоты.

6.1 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка пробы — по ГОСТ 127.3.

Анализируемую пробу тщательно измельчают до полного просева сквозь сито *с сеткой* размером отверстий 250 мкм *(025 Н) по ГОСТ 6613.*

От 20 до 100 г измельченной пробы взвешивают с точностью до 0,1 г.

6.2 Построение калибровочного графика

6.2.1 Приготовление эталонных колориметрических растворов для фотометрических измерений в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 4 или 5 см.

В шесть мерных колб вместимостью по 50 *см³* помещают указанные в таблице 1 объемы рабочего раствора хлорида натрия (4.6).

Таблица 1

Объем стандартного раствора хлорида натрия (4.6), *см³*	Соответствующая масса хлора (Cl), мг	Объем стандартного раствора хлорида натрия (4.6), *см³*	Соответствующая масса хлора (Cl), мг
0*	0	5,0	0,050
1,0	0,010	7,5	0,075
2,5	0,025	10,0	0,100
* Компенсирующий раствор.			

Затем в каждую колбу последовательно добавляют по:

- 5 *см³* раствора азотной кислоты (4.2);
- 5 *см³* раствора нитрата железа (III) (4.3);
- 20 *см³* раствора тиоцианата ртути (II) (4.4).

Доливают водой до метки, перемешивают и оставляют на 30 мин для проявления окраски.

6.2.2 Фотометрические измерения

Фотометрические измерения проводят, используя спектрофотометр (5.1), настроенный на длину волны с максимумом поглощения ~ 450 нм, или фотометр (5.2), оборудованный соответствующими фильтрами, для настройки прибора на нулевое поглощение относительно воды.

6.2.3 Построение графика

Измеряют поглощающую способность эталонных колориметрических растворов (6.2.1) относительно компенсирующего раствора (6.2.1).

Строят график, откладывая по оси абсцисс массу хлора (Cl) в миллиграммах, содержащуюся в 50 *см³* эталонного колориметрического раствора, а по оси ординат — соответствующее значение поглощения.

6.3 Определение

6.3.1 Приготовление анализируемого раствора

Пробу (6.1) помещают в длинногорлую колбу вместимостью 500 *см³*. Добавляют точно 200 *см³* смеси, состоящей из одного объема пропанола-2 (4.1) и семи объемов воды.

Присоединяют дефлегматор и медленно кипятят содержимое колбы в течение 30 мин. Охлаждают и фильтруют сквозь сухую фильтровальную бумагу средней плотности, отбрасывая первые ~100 *см³* фильтрата, оставшийся фильтрат собирают. Фильтр не промывают.

6.3.2 Проявление окраски

Отбирают 10,0 *см³* анализируемого раствора (6.3.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 50 *см³*. Добавляют 5 *см³* раствора азотной кислоты (4.2), затем 5 *см³* раствора нитрата железа (III) (4.3) и 20 *см³* раствора тиоцианата ртути (II) (4.4). Доливают водой до метки, перемешивают и оставляют на 30 мин для проявления окраски.

6.3.3 Фотометрическое измерение

Фотометрическое измерение анализируемого раствора (6.3.1) и раствора контрольного опыта (6.4) проводят в соответствии с процедурой, описанной в 6.2.2, после настройки прибора на нулевое поглощение относительно воды.

Примечание — Если значение поглощения превышает максимальное значение калибровочной кривой, определение повторяют, используя меньший объем анализируемого раствора и соответственно изменяя формулу.

6.4 Контрольный опыт

Контрольный опыт проводят в тех же условиях, используя те же количества всех реактивов, которые использовались в приготовлениях 6.3.2 и 6.3.3, заменив 10,0 *см³* анализируемого раствора на 10,0 *см³* смеси, состоящей из одного объема пропанола-2 (4.1) и семи объемов воды.

7 Обработка результатов определения

По калибровочному графику (6.2.3) определяют массу хлора (Cl), соответствующую значению фотометрического измерения анализируемого раствора и раствора контрольного опыта.

Содержание хлоридов *X*, выраженное в миллиграммах хлора (Cl) в 1 кг анализируемой пробы, вычисляют по формуле

$$X = (m_1 - m_2) \cdot \frac{200}{10} \cdot \frac{1000}{m_0} = \frac{20000(m_1 - m_2)}{m_0}, \quad (1)$$

где m_1 — масса хлора (Cl) в анализируемом растворе, мг;

m_2 — масса хлора (Cl) в растворе контрольного опыта, мг;

m_0 — масса анализируемой пробы (6.1), г.

Результат определения вычисляют с точностью до 1 мг/кг.

Примечания

1 Массовую долю хлоридов X, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{20000(m_1 - m_2)}{m_0} \cdot \frac{1}{1000000} \cdot 100 = \frac{2(m_1 - m_2)}{m_0}, \quad (2)$$

где m_1 — масса хлора (Cl) в анализируемом растворе, мг;

m_2 — масса хлора (Cl) в растворе контрольного опыта, мг;

m_0 — масса анализируемой пробы (6.1), г.

2 Результаты определения массовой доли хлоридов округляют до четвертого десятичн ого знака.

3 Как результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное допускаемое расхождение между которыми не превышает 30 %.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результата определения ±15 %.

8 Протокол определения

Протокол определения должен включать следующие данные:

- ссылку на применяемый метод;
- результаты и применяемый метод их выражения;
- отклонения, замеченные во время определения;
- любую процедуру, не включенную в настоящий стандарт или считающуюся необязательной.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.417—81 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы физи ческих величин

ГОСТ 127.3—93 Сера техническая. Отбор и подготовка проб

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирк и. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие техниче ские условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачног о кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические усл овия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметр ы и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

УДК 661.21:546.13:543.42:006.354 МКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: техническая сера, проба, содержание, массовая доля, хлориды, фотометрический метод, калибровочный график

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *Н.С.Гришанова*
Корректор *Р.А.Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 10.06.99. Подписано в печать 10.08.99. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,75.
Тираж 210 экз. С/Д 3639. Зак. 776.

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