ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ КОКСОВАНИЯ ХИМИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ

ГОСТ 6263—80

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.749:546.22.06:006.354 Группа Л39

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 %.

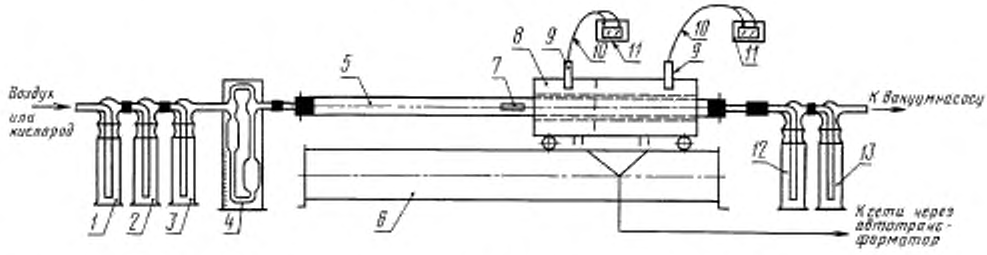
1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

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

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

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

милливольтметр 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, загнутая с одной стороны крючком.

Микробюретка по ГОСТ 29251—91, вместимостью 5 $см^3$.

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/$см^3$.

Индикаторы: метиловый красный, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,002 г/$см^3$ и метиленовый синий, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,001 г/$см^3$, взятые в соотношении 1:1; нитхромазо, водный раствор с массовой концентрацией 0,002 г/$см^3$.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой концентрацией 0,03 г/$см^3$.

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

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/$дм^3$, поправку на титр определяют по водно-спиртовому раствору серной кислоты в присутствии индикатора нитхромазо.

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/$дм^3$ и водно-спиртовой раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/$дм^3$ в растворе изопропилового спирта с массовой концентрацией 0,5 г/$см^3$.

(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/$см^3$, в склянку *2* — раствор гидроокиси натрия с массовой концентрацией 0,3 г/$см^3$, склянку *3* оставляют пустой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Для улавливания продуктов сжигания в поглотительные склянки *12* и *13* наливают по 40 $см^3$ 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 $см^3$ раствора перекиси водорода, по 40 мл изопропилового спирта и по 3—4 капли индикатора нитхромазо.

2.3. Раствор перекиси водорода перед анализом нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/$дм^3$ 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 нитхромазо 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 прокипячены 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.

(Измененная 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;

V_1 — объем точно 0,01 н. раствора гидроокиси натрия или хлористого бария, израсходованный на титрование в контрольном анализе, см³;

V_2 — объем раствора в мерной колбе, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, см^3;

0,00016032 — масса серы, соответствующая 1 см^3 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

gost.e-ecolog.ru