УДК 662.33 : 543.845 : 006.354 Группа Л79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОХА ДЫМНЫЕ

Метод определения содержания серы

Black powders.
Method for determination
of sulphur content

ГОСТ 8062—72*

Взамен
ГОСТ 8062—56

ОКСТУ 7277

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 апреля 1972 г. № 683 срок введения установлен

с 01.07.73

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на дымные пороха и пороховую мякоть, выпускаемые по стандартам и технической документации, утвержденной в установленном порядке, и устанавливает метод определения содержания в них серы.

Метод основан на взаимодействии серы с сернистокислым натрием при кипячении с образованием сероватистокислого натрия, разложении избытка сернистокислого натрия формалином и титровании сероватистокислого натрия раствором йода в слабокислой среде.

1. ОТБОР ПРОБ

Пробы для определения содержания серы отбирают по технической документации на дымные пороха, утвержденной в установленном порядке.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г;

колбы конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 и 250 $см^3$;

холодильник стеклянный по ГОСТ 25336—82 или стеклянные трубки длиной 1100—1300 мм, диаметром около 10 мм;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (август 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1983 г., январе 1986 г. (ИУС 11—83, 5—86).

gost.e-ecolog.ru

цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³;

воронки стеклянные простые по ГОСТ 25336—82 диаметром (56±5) мм;

бюретки по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³;

баня песчаная или

плитка электрическая с закрытым нагревателем по ГОСТ 14919—83;

асбест листовой;

фильтр бумажный диаметром 110 мм или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76;

натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77 или кристаллический;

формалин технический по ГОСТ 1625—75;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 10%-ный раствор;

йод по ГОСТ 4159—79, 0,1 н раствор, фактор которого устанавливают по 0,1 н раствору тиосульфата натрия (по нормативно-технической документации) в присутствии 2 см³ 5%-ного раствора крахмала;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

спирт гидролизный этиловый по ГОСТ 17299—78 или синтетический по ГОСТ 13937—86;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76 или по ГОСТ 7699—78, 0,5%-ный водный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

pH-метр-милливольтмер pH-340;

мешалка магнитная;

стаканы стеклянные вместимостью 300 см³ по ГОСТ 25336—82.

Допускается применять другую аппаратуру и посуду, пригодную для проведения анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Проведение титрования объемным методом

3.1.1. Около 0,5 г пороха, измельченного до порошкообразного состояния, или пороховой мякоти взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 1—2 см³ этилового спирта для лучшего смачивания серы, 2—3 г кристаллического или 1—1,5 г безводного сернистокислого натрия и 50 см³ дистиллированной воды. Колбу соединяют с холодильником или стеклянной трубкой и кипятят раствор 10 мин на электрической плитке, покрытой асбестом, или песчаной бане. При кипячении рекомендуется несколько раз взбалтывать содержимое колбы.

3.1.2. По окончании кипячения раствор фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 250 см³. Нерастворимый остаток промывают 150—200 см³ дистиллированной воды, нагретой до 60—70°С, до полного удаления тиосульфатиона. Последняя порция фильтрата должна давать посинение от одной капли йода в присутствии 0,5 см³ раствора крахмала. После этого к фильтрату добавляют 5 см³ формалина для связывания, не вошедшего в реакцию сернистокислого натрия. Выделившийся при этом едкий натрий нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором уксусной кислоты до кислой реакции.

3.1.3. После нейтрализации серноватистокислый натрий оттитровывают раствором йода в присутствии 2 см³ раствора крахмала до синего окрашивания.

3.2. Проведение титрования потенциометрическим методом

3.2.1. Подготовка pH-метра-милливольтметра к работе, настройка его по буферным растворам, а также использование его для комплексного анализа по величине pH и окислительно-восстановительному потенциалу проводится согласно инструкции к прибору.

3.2.2. По окончании кипячения в соответствии с п. 3.1.1. раствор охлаждают и переводят в стакан потенциометрического титрования. Колбу несколько раз промывают дистиллированной водой (100—150 см³), сливая ее в тот же стакан. Стакан с раствором помещают на магнитную мешалку, опускают в него магнитный стержень для перемешивания и электроды. Электроды при измерении должны быть погружены в раствор на глубину 20—40 мм. Включают магнитную мешалку, добавляют в стакан с анализируемым раствором 5 см³ формалина для связывания не вступившего в реакцию натрия сернокислого. Выделившийся при этом едкий натр нейтрализуют уксусной кислотой до кислой реакции (pH-5). Для измерения pH применяют стеклянный электрод. После нейтрализации серноватистокислый натрий потенциометрически оттитровывают раствором йода. Титрование проводят с платиновым электродом до резкого изменения потенциала (скачка потенциала).

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание серы (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0032 \cdot 100 \cdot 100}{m(100 - W)},$$

где V — объем точно 0,1 н раствора йода, израсходованный на титрование, в см³;

0,0032 — количество серы, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н раствора йода, в г;

m — навеска пороха в г;

W — влажность пороха в %.

Производят два параллельных определения, по результатам которых вычисляют среднее арифметическое с погрешностью не более 0,1%. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,2%.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Работы с дымными порохами должны проводиться в соответствии с действующими правилами эксплуатации производств и специальными инструкциями, утвержденными в установленном порядке.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru