ГОСТ 30355.4—96
(ИСО 3704—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение кислотности. Титриметрический метод

Издание официальное

БЗ 4—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

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 3704—76 «Сера техническая. Определение кислотности. Титриметрический метод»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 25 февраля 1999 г. № 50 межгосударственный стандарт ГОСТ 30355.4—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 Реактивы 1
4 Аппаратура 1
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Методика определения 2
7 Обработка результатов определения 2
8 Протокол определения 2
Приложение А Нормативные ссылки 3

Введение

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 3704—76 (первое издание) «Сера техническая. Определение кислотности. Титриметрический метод» с дополнительными требованиями и изменениями, отражающими потребности экономики страны, а именно:

- предусмотрено применение стандарта для сертификации технической серы;
- расширены пределы использования метода;
- наименования единиц физических величин приведены в соответствие с требованиями ГОСТ 8.417;
- указаны конкретные наименования, типы и марки аппаратуры и реактивов (вместо приведенной допускается использовать другую аппаратуру, показатели качества которой соответствуют требованиям внедряемого стандарта);
- расширены требования и приведены пояснения для облегчения вычисления результатов анализа;
- приведен перечень использованных при разработке стандарта нормативных документов.

В результате проведенной сравнительной метрологической аттестации идентичных методик по ГОСТ 127.2 и ИСО 3704 было установлено, что в границах ошибок определения результаты сопоставимы при массовой доле кислот в пересчете на серную кислоту (H_2SO_4) не менее 0,001 %.

Настоящий стандарт действует наравне с ГОСТ 127.2 и используется по согласованию между изготовителем и потребителем технической серы.

Результаты анализов, полученные в соответствии с этими стандартами, сопоставимы в рамках погрешностей определений.

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение кислотности. Титриметрический метод

Sulphur for industrial use.
Determination of acidity.
Titrimetric method

Дата введения 2000—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения кислотности ***(массовой доли кислот)*** в технической сере.

Метод применим к технической сере, кислотность ***(массовая доля кислот)*** которой, в пересчете на ***серную кислоту*** (H_2SO_4), не менее 0,01 %.

Допускается использовать данный метод при массовой доле кислот не менее 0,001 %.

Стандарт пригоден для целей сертификации.

2 Сущность метода

Экстрагирование кислотных веществ с помощью смеси воды и пропанола-2. Титрование экстракта стандартным волюмометрическим раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

3 Реактивы

Для определения используют только аналитически чистые реактивы ***квалификации ч. д. а.***, свежекипяченую и охлажденную дистиллированную воду ***по ГОСТ 6709*** или воду эквивалентной степени чистоты.

3.1 Пропанол-2 ***по ГОСТ 9805***, предварительно прокипяченный, охлажденный и нейтрализованный в присутствии раствора фенолфталеина (3.3).

3.2 Натрия гидроксид ***по ГОСТ 4328***, 0,1 н. стандартный свежеприготовленный волюмометрический раствор ***(концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3)***, не содержащий карбонатов.

3.3 Фенолфталеин, этаноловый раствор ***концентрации*** 10 ***г/дм^3***.

1 г фенолфталеина растворяют в 60 ***см^3*** этанола ***по ГОСТ 18300 объемной концентрации*** 95 % и доливают водой до 100 ***см^3***.

4 Аппаратура

Лабораторная аппаратура:

- ***пипетка 2-1-1-25 по ГОСТ 29228;***
- ***цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770;***
- ***колба Кн-1-250 24/29 ТС по ГОСТ 25336;***
- ***капельница 1ХС по ГОСТ 25336;***

Издание официальное

- ***бюретка 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251;***
- ***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;***
- ***сито с сеткой 025 Н по ГОСТ 6613.***

5 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 127.3.

Пробу для определения готовят из лабораторной пробы путем измельчения определенного количества невысушенной пробы до полного прохождения сквозь сито ***с сеткой*** номинальным размером отверстий 250 мкм ***(025 Н) по ГОСТ 6613.***

6 Методика определения

6.1 Проба для определения

25 г пробы (5) взвешивают с точностью до 0,1 г, помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 ***см***^{3}.

6.2 Определение

В коническую колбу с пробой (6.1) добавляют 25 ***см***^{3} пропанола-2 (3.1), закрывают пробкой и встряхивают до полного смачивания серы. Потом доливают 50 ***см***^{3} воды, закрывают колбу пробкой и снова встряхивают в течение 2 мин. Колбу оставляют на 20 мин, периодически встряхивая.

Титруют стандартным волюмометрическим раствором гидроксида натрия (3.2) в присутствии нескольких капель раствора фенолфталеина (3.3) до появления устойчивой розовой окраски.

7 Обработка результатов определения

Кислотность ***(массовую долю кислот)*** в пересчете на серную кислоту (H_2SO_4) X, %, вычисляют по формуле

$$X = V \cdot \frac{1}{10} \cdot 0{,}049 \ \frac{100}{m} = \frac{0{,}49\,V}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем стандартного волюмометрического раствора гидроксида натрия (3.2), израсходованный на титрование, ***см***^{3};

0,049 — масса серной кислоты (H_2SO_4), соответствующая 1 ***см***^{3} раствора гидроксида натрия 1 н. ***(концентрации точно 1 моль/дм***^{3}***)***, г;

m — масса анализируемой пробы (6.1), г.

Примечания

1 Если концентрация используемого стандартного раствора не соответствует приведенной в списке реактивов, следует сделать соответствующую поправку в расчетной формуле.

2 ***Результаты определения округляют до значащих цифр в соответствии с нормами, установленными стандартами или другим нормативным документом на техническую серу.***

3 Как результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное допускаемое расхождение между которыми не превышает 10 %.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результата определения ± 5 %.

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 127.2—93 Сера техническая. Методы испытаний

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 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие треб ования

УДК 661.21 : 543.257.1 : 006.354 МКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: техническая сера, проба, кислотность, массовая доля кислот, титриметрический метод, экстрагирование

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 10.06.99. Подписано в печать 10.08.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 219 экз. С/Д 3637. Зак. 774.

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