УДК 622.341.1:546.22.86:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения серы

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods for the determination of sulphur

ГОСТ 23581.20—81 (СТ СЭВ 1227—78)

Взамен ГОСТ 12750—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1192 срок действия установлен

с 01.01.1982 г.
до 01.07.1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

97г
изс 2-87г

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает титриметрический йодометрический метод определения серы при массовой доле от 0,005 до 0,5%, титриметрический алкалиметрический — от 0,1 до 2%, гравиметрический — от 0,05 до 5% и метод с использованием автоматических анализаторов.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1227—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на прокаливании навески в токе кислорода или углекислого газа при 1300—1350°С, поглощении образующейся двуокиси серы водой и титровании сернистой кислоты раствором йодид-йодата в присутствии индикатора крахмала.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

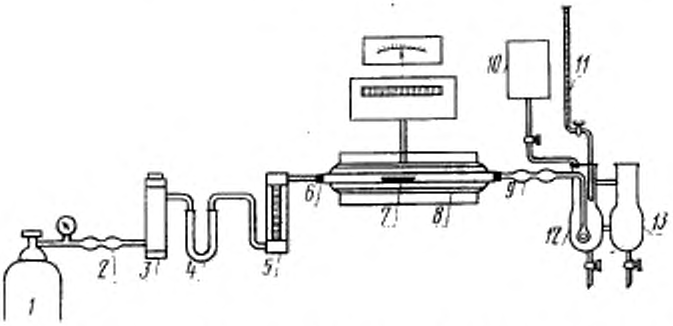
установку для определения массовой доли серы (см. чертеж);

трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые по ГОСТ 5.923—71;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Установка для определения массовой доли серы



1—баллон с кислородом или двуокисью углерода, снабженный редукционным вентилем и манометром для пуска и регулирования тока газа; *2*—хлоркальциевая трубка; *3*—колонка, заполненная аскаритом; *4*—U-образная трубка, содержащая в первой половине (по ходу газа) асбест, пропитанный окисью марганца, а во второй — ангидрон; *5*—ротаметр для измерения расхода газа; *6*—огнеупорная трубка, длиной 750—800 мм с внутренним диаметром 180—200 мм, концы трубки должны выступать из печи не менее чем на 180—200 мм с каждой стороны; *7*—фарфоровая лодочка; *8*—печь трубчатая горизонтальная с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1400°С с авторегулирующим устройством и водяным охлаждением; *9*—стеклянная трубка с расширением, заполненная стеклянной ватой для очистки смеси газов, выходящих из печи от механических примесей, образующихся при сжигании навески и уносимых током газа; *10*—сосуд с раствором крахмала; *11*—бюретка с титрованным раствором йодид йодата калия; *12*—поглотительный сосуд, *13*—сосуд сравнения (допускается титрование с применением сосудов другой формы и без сосуда сравнения).

лодочки фарфоровые № 2 по ГОСТ 6675—73;

крючок из жаропрочной стали длиной 600—700 мм;

кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583—78;

двуокиси углерода газообразную и жидкую по ГОСТ 8050—76;

аскарит;

ангидрон;

стекловату;

асбест, пропитанный двуокисью марганца, используемый для заполнения поглотительной колонки, приготовленный следующим образом: 13 г сернокислого марганца растворяют в небольшом количестве воды и этим раствором пропитывают 90 г асбестового волокна, предварительно прокаленного при 800—1000°С. После этого в стакан с асбестом добавляют 7 г марганцовокислого калия, растворенного в 200 см^3 воды, кипятят в течение нескольких минут. Затем асбест отфильтровывают на воронку Бюхнера, промывают горячей водой до отсутствия в фильтрате серокислых солей. Пропитанный двуокисью марганца асбест сушат при 105°С и наполняют им поглотительную колонку;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79;
кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—77;
калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75;
калия гидроокись;
калий йодистый по ГОСТ 4232—74;
марганец (II) сернокислый 5-водный, по ГОСТ 435—77;
меди окись по ГОСТ 16539—71, прокаленную при 850°С в течение 2 ч;
медь по ГОСТ 546—79;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 0,5 г/дм³, приготовленный следующим образом: 0,5 г крахмала растворяют в 50 см³ воды при нагревании, полученный раствор вливают в колбу, где находится 935 см³ воды, приливают 15 см³ серной кислоты и перемешивают;
титрованные растворы йодид-йодата калия:
раствор А, приготовленный следующим образом: 0,0862 г йодноватокислого калия растворяют в 300 см³ воды, добавляют 0,4 г гидроокиси калия, перемешивают, к полученному раствору добавляют 17 г йодистого калия, растворяют при перемешивании и доливают до 1 дм³ водой;
растворы Б, В и Г готовят разбавлением раствора А водой в соотношении 1 : 2 (раствор Б), 1 : 4 (раствор В) и 1 : 6 (раствор Г). Растворы хранят в склянках из темного стекла.

Массовую концентрацию (C) раствора йодид-йодата калия устанавливают по трем навескам стандартного образца железорудного сырья, близкого по химическому составу и массовой доле серы к анализируемой пробе, по методике проведения анализа.

Массовую концентрацию раствора йодид-йодата калия (C) в граммах на миллилитр по сере вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где A — массовая доля серы в стандартном образце, %;
m — масса навески стандартного образца, г;
V — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см³;
V_1 — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Лодочки перед применением прокаливают в фарфоровой трубке при рабочей температуре до полного выгорания серы, как описано в п. 2.2.4. Хранят в эксикаторе.

2.2.2. Собирают прибор согласно чертежу. Стеклянные части прибора соединяют плотно, встык, при помощи отрезков резино-

вых трубок так, чтобы продукты горения не находились в соприкосновении с резиновыми трубками.

Фарфоровую трубку вставляют в печь и предварительно прокаливают при 1300—1350°С в токе кислорода. Трубку с обеих сторон закрывают хорошо подогнанными резиновыми пробками со штуцером и металлической шайбой или используют специальное автоматическое запорное устройство.

2.2.3. Перед началом работы печь нагревают до 1300—1350°С и проверяют установку на герметичность по положению поплавка ротаметра.

2.2.4. Полноту выжигания серы, органических и восстановительных веществ из фарфоровой трубки контролируют следующим образом: поглотительный сосуд и сосуд для сравнения наполняют на $^1/_3$ высоты раствором крахмала, прибавляют раствор йодид-йодата до бледно-голубой окраски и пропускают кислород или двуокись углерода. Если через 4—5 мин окраска раствора в поглотительном сосуде исчезнет, прибавляют раствор йодид-йодата калия до окрашивания раствора в бледно-голубой цвет и вновь пропускают кислород или двуокись углерода. Если окраска в поглотительном сосуде не изменится, это означает, что сера и летучие восстановительные вещества полностью выгорели из фарфоровой трубки.

2.2.5. Поглотительный сосуд и сосуд с раствором сравнения заполняют на $^1/_3$ или $^1/_2$ высоты (в зависимости от массовой доли серы в пробе) раствором крахмала, окрашенным в присутствии раствора йодид-йодата в бледно-голубой цвет.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1 г при массовой доле серы от 0,005 до 0,02%, 0,5 г — свыше 0,02% и 0,25 г — свыше 0,2% помещают в фарфоровую лодочку и покрывают медью или окисью меди массой 1 г.

Лодочку с навеской и плавнем с помощью крючка помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, закрывают затвор и пропускают кислород или углекислый газ со скоростью 2,5—3 дм³/мин.

Когда сернистый газ, поступивший из печи в поглотительный сосуд, начнет обесцвечивать раствор, из бюретки приливают раствор йодид-йодата с такой скоростью, чтобы жидкость все время оставалась бледно-голубого цвета. Титрование считается законченным, когда интенсивность окрасок в поглотительном растворе и растворе сравнения будет одинаковой.

При массовой доле серы от 0,005 до 0,01% используют раствор Г, при массовой доле серы от 0,01 до 0,02% — раствор В, при массовой доле серы от 0,02 до 0,08% — раствор Б, при массовой доле от 0,08 до 0,5% — раствор А.

Для проверки полноты выгорания серы из навески продолжают подавать кислород или углекислый газ еще в течение 1—2 мин. Если интенсивность окраски раствора не уменьшается, определение считают законченным.

2.3.2. Раствор контрольного опыта получают согласно п. 2.3.1, прокаливая лодочку с плавнем.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C(V-V_1)\cdot K\cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора йодид-йодата калия по сере, г/см³;

V — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см³;

V_1 — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли серы на массовую долю ее в сухом материале, вычисленной по формуле

$$K = \frac{100}{100-W_r},$$

где W_r — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

2.4.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля серы,%	Допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,0025
Св. 0,01 „ 0,03	0,004
„ 0,03 „ 0,05	0,006
„ 0,05 „ 0,1	0,01
„ 0,1 „ 0,2	0,02
„ 0,2 „ 0,5	0,05

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АЛКАЛИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на прокаливании навески пробы в токе кислорода или углекислого газа при температуре 1300—1350°С, поглощении образующейся двуокиси серы раствором перекиси водорода и титровании серной кислоты раствором гидроокиси натрия в при-

сутствии смеси индикаторов (метилового красного и метиленового голубого).

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

установку для определения массовой доли серы (см. чертеж);

трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые по ГОСТ 5.923—71;

лодочки фарфоровые № 2 по ГОСТ 6675—73;

крючок из жаропрочной стали длиной 600—700 мм;

кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583—78;

двуокись углерода газообразную или жидкую по ГОСТ 8050—76;

аскарит;

ангидрон;

стекловату;

асбест, пропитанный двуокисью марганца, как описано в п. 2.1, для заполнения поглотительной колонки;

кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—77;

меди окись по ГОСТ 16539—79, прокаленную при 850°С в течение 2 ч;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

фенолфталеин, индикатор по ГОСТ 5850—72, спиртовый раствор 1/дм^3;

метиловый красный по ГОСТ 5853—51;

метиленовый голубой (N, N, N′ N′-тетраметилтионин хлористый) 3-водный.

Смесь индикаторов метилового красного и метиленового голубого, приготовленная следующим образом: 0,1 г метилового красного и 0,1 г метиленового голубого растворяют в 100 см^3 этилового спирта;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с молярной концентрацией 0,005; 0,01 и 0,025 моль/дм^3.

Массовую концентрацию (C) раствора гидроокиси натрия по сере в граммах на кубический сантиметр устанавливают по трем навескам стандартного образца железорудного сырья, близкого по химическому составу и массовой доле серы к анализируемой пробе, по методике проведения анализа.

Массовую концентрацию (C) в граммах на кубический сантиметр раствора гидроокиси натрия по сере вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где A — массовая доля серы в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. Подготовку к анализу проводят, как указано в пп. 2.2.1—2.2.3.

3.2.2. В поглотительный сосуд *12* и сосуд для сравнения *13* (см. чертеж) наливают по 50 см³ раствора перекиси водорода и 3—4 капли смеси индикаторов, а в бюретку *11* наливают раствор гидроокиси натрия.

3.2.3. Полноту выжигания серы из фарфоровой трубки контролируют следующим образом: в поглотительный сосуд и сосуд сравнения наливают 50 см³ раствора перекиси водорода, 3—4 капли смеси индикаторов и пропускают кислород или двуокись углерода. Если окраска в поглотительном сосуде остается зеленой, это означает, что сера полностью выгорела из фарфоровой трубки.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г при массовой доле серы свыше 0,1% и 0,25 г — свыше 0,5% помещают в фарфоровую лодочку и покрывают медью или окисью меди массой 1 г.

Лодочку с навеской и плавнем с помощью крючка помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, закрывают затвор и пропускают кислород со скоростью 2,5—3 дм³/мин.

По мере поступления сернистого газа из печи в поглотительный сосуд раствор приобретает фиолетовую окраску, после чего его титруют до перехода окраски из фиолетовой в зеленую. Титрование считается законченным, если зеленый цвет раствора не изменяется в течение 1 мин.

При массовой доле серы до 0,5% для титрования используют раствор с молярной концентрацией гидроокиси натрия 0,005 моль/дм³, при молярной доле серы более 0,5% — раствор с массовой концентрацией гидроокиси натрия 0,01 моль/дм³ и при массовой доле серы более 1% — раствор с массовой концентрацией гидроокиси натрия 0,025 моль/дм³.

3.3.2. Раствор контрольного опыта получают, как указано в п. 3.3.1, прокаливая лодочку с плавнем.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю серы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(V-V_1)\cdot K\cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора гидроокиси натрия по сере, г/см³;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли серы на массовую долю ее в сухом материале, вычисленной по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

3.4.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,2	0,02
Св. 0,2 „ 0,5	0,05
„ 0,5 „ 1	0,1
„ 1 „ 2	0,15

4. МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АВТОМАТИЧЕСКИХ АНАЛИЗАТОРОВ

Метод основан на сжигании навески руды, концентрата, агломерата или окатыша в токе кислорода в присутствии плавней при 1350—1700°С и регистрации выделившегося сернистого газа методами кулонометрического титрования или ИК-спектроскопии с использованием автоматических анализаторов.

Интервал определяемых концентраций указывается в инструкции к прибору.

4.1. Аппаратура

4.1.1. Анализатор любого типа, принцип работы которого основан на одном из указанных методов.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Анализ проводят по рабочей инструкции соответствующего анализатора.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю серы (X_2) в процентах определяют по цифровому табло анализатора за вычетом холостого опыта.

4.3.2. Расхождение между результатами двух определений не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

5. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на осаждении сульфат-иона в слабосолянокислой среде раствором хлористого бария в виде сернокислого бария.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

5.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 800°С;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и раствор 6 г/дм³;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79;

смесь для спекания, приготовленную следующим образом: растирают в ступке углекислый натрий и марганцовокислый калий в соотношении 1 : 1;

калий углекислый безводный по ГОСТ 4221—76;

смесь карбонатов: 106 г углекислого натрия и 138 г углекислого калия растирают в фарфоровой ступке до гомогенизации;

натрия перекись;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1 и 1 : 500;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм³;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, 60%-ный раствор;

раствор промывной жидкости, приготовленный следующим образом:

10 см³ раствора хлористого бария и 20 см³ раствора соляной кислоты разбавляют до 1 дм³ водой;

метиловый красный, индикатор по ГОСТ 5853—51, спиртовый раствор, приготовленный следующим образом: 0,025 г индикатора растворяют в 250 см³ 60%-ного спирта.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Масса навески железной руды, концентрата, агломерата или окатыша, количество смеси для спекания и сплавления в зависимости от массовой доли серы указаны в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля серы, %	Масса навески, г	Количество смеси для спекания, г	Количество смеси для сплавления, г
0,05—0,1	3	7(5+2)	10(5+5)
0,1 —0,2	2	7(5+2)	10(5+5)
0,2 —0,4	1	7(5+2)	10(5+5)
0,4 —1	0,5	3(2+1)	5(3+2)
1 —2	0,25	3(2+1)	5(3+2)
2 —5	0,1	3(2+1)	5(3+2)

5.2.2. При разложении спеканием навеску помещают в обработанный фарфоровый тигель.

Новые фарфоровые тигли предварительно обрабатывают, прокаливая в них 7 г смеси для спекания при 800°С в течение 20 мин.

Навеску перемешивают с 2—5 г смеси для спекания (см. табл. 3), уплотняют и засыпают сверху еще 1—2 г смеси. Тигель помещают в холодную муфельную печь, нагревают до 700—800°С и выдерживают в течение 30 мин. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 150 см³ горячей воды и нагревают до полного выщелачивания спека, время от времени помешивая и разбивая комочки стеклянной палочкой. Тигель извлекают и обмывают водой. Если при выщелачивании спека раствор окрашивается в зеленый цвет манганатом, то последний восстанавливают, добавляя несколько капель перекиси водорода, и нагревают до исчезновения окраски.

5.2.3. При разложении сплавлением навеску помещают в железный или никелевый тигель, содержащий 3—5 г смеси карбонатов (см. табл. 3). Прибавляют 1—3 г перекиси натрия или 0,5—1 г азотнокислого калия, хорошо перемешивают и засыпают сверху еще 3—5 г смеси карбонатов.

Тигель медленно нагревают до сплавления содержимого, постепенно передвигая тигель в горячую зону до получения прозрачного плава. Продолжают нагревание при 800°С еще 15 мин в случае сплавления с перекисью натрия и 20—30 мин в случае сплавления с азотнокислым калием.

После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 150 см³ воды, и выщелачивают плав при 60—70°С. Тигель извлекают из стакана и обмывают его горячей водой.

5.2.4. Горячий раствор, полученный в соответствии с пп. 5.2.2 или 5.2.3, фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы, собирая фильтрат в стакан вместимостью 500—600 см³. Осадок промывают 6—8 раз горячим раствором углекислого натрия.

При массовой доле свинца и бария более 1% раствор, полученный в соответствии с пп. 5.2.2 или 5.2.3, фильтруют, оставляя большую часть осадка в стакане, в котором проводилось выщелачивание. Приливают 50 см³ горячего раствора углекислого натрия, кипятят в течение 5 –10 мин и фильтруют через тот же фильтр. Затем осадок переносят из стакана на фильтр и промывают 5—6 раз тем же раствором углекислого натрия. Осадок отбрасывают.

Фильтрат, объем которого не должен превышать 200 мл, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, по метиловому красному и добавляют в избыток 1—1,5 см³ соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения и приливают небольшими порциями

при перемешивании 15 см³ раствора хлористого бария, нагретого до 90—100°С. Раствор с осадком кипятят 5—10 мин и оставляют на 12 ч при комнатной температуре.

Раствор фильтруют, не перемешивая, через двойной плотный фильтр с небольшим количеством фильтробумажной массы.

Осадок в стакане промывают декантацией три раза теплой водой, затем количественно переносят на фильтр и промывают 2—3 раза соляной кислотой, разбавленной 1 : 500, и 3—4 раза теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, озоляют без воспламенения, сжигают при достаточном доступе воздуха и прокаливают при 800°С до постоянной массы, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

5.2.5. Для внесения поправки на массу серы в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю серы (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}1374 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка сернокислого бария, г;

m_2 — масса осадка сернокислого бария контрольного опыта, г;

m — масса навески, г;

0,1374 — коэффициент пересчета сернокислого бария на серу;

K — коэффициент пересчета массовой доли серы на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.4.1.

5.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,1	0,01
Св. 0,1 » 0,2	0,02
» 0,2 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1	0,1
» 1 » 2	0,15
» 2 » 5	0,2

Изменение № 1 ГОСТ 23581.20—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения серы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3720 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием проставить код: ОКСТУ 0709.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значения: 0,5 % на 1 %, 2 % на 5 %; после слов «автоматических анализаторов» дополнить значениями: «от 0,001 до 5 %».

Раздел 2. Вводная часть. Заменить значения: 1300—1350 °С на 1250—1350 °С.

Пункт 2.1. Чертеж и подрисуночная подпись. Исключить позицию 2;

позицию 8 после слов «с силитовыми» дополнить словами: «или карборундовыми»;

позиция 9. Исключить слово: «стеклянной»;

третий абзац дополнить словами: «При содержании серы более 0,01 % для очистки газа можно использовать только колонку с аскаритом».

Пункт 2.1. Заменить ссылки: ГОСТ 5.923—71 на ГОСТ 24704—81, ГОСТ 6675—73 на ГОСТ 9147—80, ГОСТ 20490—79 на ГОСТ 20490—75, ГОСТ 16539—71 на ГОСТ 16539—79;

десятый абзац дополнить словами: «или вату хлопчатобумажную по ГОСТ 5679—74»;

шестнадцатый абзац дополнить ссылкой: «по ГОСТ 24363—80»;

девятнадцатый абзац дополнить словами: «или медь (II) окись (проволока), ч. д. а.»;

двадцатый абзац изложить в новой редакции: «медь (в виде стружки), не ниже ч. д. а.».

Пункт 2.2.4 после слов «сосуд для сравнения» дополнить словами: «(при его использовании)».

Пункт 2.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1 г при массовой доле серы от 0,005 до 0,02 %, 0,5 г — от 0,02 до 0,2 %, 0,25 г — от 0,2 до 0,5 % и 0,1 г — более 0,5 % помещают в фарфоровую лодочку и покрывают медью или окисью меди массой 1 г.

В случае легковыгораемых соединений серы в пробе допускается проведение определения без плавня»;

(Продолжение см. с. 56)

второй абзац после слов «и закрывают затворы» дополнить словами: «через 20 сек»;

третий абзац после слов «считается законченным» дополнить словами: «когда интенсивность окраски поглотительного раствора не изменяется или»;

четвертый абзац. Заменить значение: «от 0,08 до 0,5 %» на «0,08 до 1 %».

Пункт 2.4.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,002	0,001
Св. 0,002 » 0,005	0,002
» 0,005 » 0,01	0,0025
» 0,01 » 0,03	0,004
» 0,03 » 0,05	0,006
» 0,05 » 0,1	0,01
» 0,1 » 0,2	0,02
» 0,2 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1,0	0,1
» 1,0 » 2,0	0,15
» 2,0 » 5,0	0,2

Пункт 3.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 5.923—71 на ГОСТ 24704—81, ГОСТ 6675—73 на ГОСТ 9147—80; исключить ссылку: ГОСТ 5853—51;

десятый абзац дополнить словами: «или вату хлопчатобумажную по ГОСТ 5679—74»;

тринадцатый абзац дополнить словами: «или медь (II) окись (проволока), ч. д. а.»;

дополнить абзацем (после тринадцатого): «медь (в виде стружки) не ниже ч. д. а.».

Пункт 3.2.2 исключить.

Пункт 3.2.3 изложить в новой редакции: «3.2.3. Полноту выжигания серы из фарфоровой трубки контролируют следующим образом: в поглотительный сосуд наливают 50 см³ раствора перекиси водорода, 3—4 капли смеси индикаторов и пропускают кислород или двуокись углерода. Если окраска в поглотительном

(Продолжение см. с. 57)

сосуде остается зеленой, это означает, что сера полностью выгорела из фарфоровой трубки. Затем в поглотительный сосуд снова наливают 50 см³ раствора перекиси водорода и 3—4 капли смеси индикаторов, а в бюретку наливают раствор гидроокиси натрия».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить слова и значения: «свыше 0,1 % и 0,25 г — свыше 0,5 %» на «от 0,1 до 0,5 %; 0,25 г — от 0,5 до 3 % и 0,1 — более 3 %»;

дополнить абзацем: «В случае легковыгораемых соединений серы в пробе допускается проведение определения без плавня».

Пункт 3.4.2. Заменить слова: «в табл. 2» на «в табл. 1»;

таблицу 2 исключить.

Пункт 5.1.1. Заменить ссылку: «по ГОСТ 20490—79» на «по ГОСТ 20490—75»; исключить ссылку: ГОСТ 5853—51;

дополнить абзацами (после второго):

«тигли никелевые или железные;

тигли фарфоровые высокие № 3 или № 4 по ГОСТ 9147—80;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 20 г/дм³».

десятый абзац. Исключить значение: «и 1:500».

Пункт 5.2.1. Таблицу 3 изложить в новой редакции:

Таблица 3

Массовая доля серы, %	Масса навески, г	Количество смеси для спекания, г	Количество смеси для сплавления, г
0,05—0,1	3	7(5+2)	10(5+5)
0,1—0,2	2	7(5+2)	10(5+5)
0,2—1	1	7(5+2)	10(5+5)
1—5	0,5	3(2+1)	5(3+2)

(Продолжение см. с. 58)

Пункт 5.2.4. Третий абзац изложить в новой редакции: «Фильтрат, объем которого должен быть около 250—300 см³, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1.1, по метиловому красному и добавляют избыток кислоты в расчете 1—1,5 см³ на 100 см³ раствора. Раствор нагревают до кипения и приливают небольшими порциями при перемешивании 15 см³ раствора хлористого бария, нагретого до 90—100 °С. Раствор с осадком кипятят 5—10 мин и оставляют на 12 ч при комнатной температуре»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Промывают стакан с осадком промывной жидкостью, количественно переносят осадок на фильтр и промывают 2—3 раза этим же раствором, промывной жидкости, затем теплой водой до исчезновения ионов хлора в промывных водах (проверка с помощью раствора азотнокислого серебра)»;

пункт дополнить примечанием: «Примечание. Если осадок загрязнен двуокисью кремния или имеет сероватый оттенок, после охлаждения к осадку прибавляют 10 капель серной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Тигель с осадком прокаливают 15 мин при 800 °С и взвешивают».

Пункт 5.3.2. Заменить слова: «в табл. 4» на «в табл. 1»;

таблицу 4 исключить.

(ИУС № 2 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru