ГОСТ 30355.2—96
(ИСО 3425—75)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С

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 Техническим секретариатом Межгосударственного Совета 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 3425—75 «Сера техническая. Определение золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 25 февраля 1999 г. № 50 межгосударственный стандарт ГОСТ 30355.2—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 Определение золы при температуре 850—900 °С 1
2.1 Сущность метода 1
2.2 Аппаратура 1
2.3 Отбор и подготовка проб 1
2.4 Методика определения 2
2.5 Обработка результатов определения 2
2.6 Протокол определения 2
3 Определение остатка при температуре 200 °С 2
3.1 Сущность метода 2
3.2 Аппаратура 2
3.3 Отбор и подготовка проб 3
3.4 Методика определения 3
3.5 Обработка результатов определения 3
3.6 Протокол определения 3
Приложение А Нормативные ссылки 4

Введение

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 3425—75 (первое издание) «Сера техническая. Определение золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С» с дополнительными требованиями и изменениями, отражающими потребности экономики страны, а именно:

- предусмотрено применение стандарта для сертификации технической серы;
- приведены 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;
- приведена формула для определения массовой доли нелетучих при температуре 200 °С битумных соединений в технической сере;
- приведен перечень использованных при разработке стандарта нормативных документов.

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 пределах погрешностей определений.

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С

Sulphur for industrial use. Determination of ash at 850—900 °C and of residue at 200 °C

Дата введения 2000—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания (***массовой доли***) золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С в технической сере.

Методы применимы для технической серы, содержащей (***с массовой долей***) не менее 98 % элементарной серы (*S*), в пересчете на сухое вещество, т. е. продукта, высушенного в течение 2 ч при температуре 80 °С.

Методы применяются при массовых долях золы и остатка в технической сере более 0,005 %.

Примечание — Расхождение между содержанием (***массовой долей***) в процентах золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С в пересчете на сухое вещество соответствует содержанию (***массовой доле***) «нелетучих битумных соединений» при температуре 200 °С.

Стандарт пригоден для целей сертификации.

2 Определение золы при температуре 850—900 °С

2.1 Сущность метода

Медленное сжигание на воздухе пробы высушенной серы.

Нагревание в печи при температуре 850—900 °С с последующим взвешиванием.

2.2 Аппаратура

Лабораторная аппаратура:

- сито с сеткой 2 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;

- шкаф сушильный типа СНОЛ, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (80±2) °С;

- эксикатор по ГОСТ 25336.

2.2.1 Фарфоровая чашка высокая ***по ГОСТ 9147.***

2.2.2 Нагревательная плитка ***по ГОСТ 14919*** или горелка Бунзена и огнеупорный треугольник.

2.2.3 Электрическая печь ***типа СНОЛ***, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева 850—900 °С.

2.3 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 127.3.

Пробу для определения измельчают до размера частиц не более 2 мм, ***т. е. просеивают сквозь сито с сеткой 2 Н по ГОСТ 6613,*** а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 80 °С в течение 2 ч.

Издание официальное

2.4 Методика определения

2.4.1 Проба для определения

50 г анализируемой пробы (2.3) взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в чашку (2.2.1), предварительно прокаленную при температуре 850—900 °С, охлажденную в эксикаторе и взвешенную с точностью до 0,001 г.

2.4.2 Чашку с пробой (2.4.1) устанавливают на электрическую плитку (2.2.2) (или на огнеупорный треугольник над горелкой Бунзена) и слегка расплавляют серу. После этого расплавленную серу поджигают с помощью небольшого газового пламени (например, от горелки Бунзена). Нагревание регулируют так, чтобы сера медленно горела до полного сгорания (температура должна быть достаточной, чтобы полное сжигание серы длилось 3—4 ч).

Чашку с остатком от сжигания серы прокаливают в печи (2.2.3) при температуре 850—900 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г, затем ее опять помещают в печь и повторяют эту операцию до тех пор, пока расхождение между последовательными взвешиваниями будет меньше 0,005 г.

2.5 Обработка результатов определения

Содержание (***массовую долю***) золы X_1 в пересчете на сухое вещество, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса остатка после прокаливания, г;

m_0 — масса анализируемой пробы, г.

Результаты вычисляют с точностью до третьего десятичного знака.

Примечания

1 Массовую долю золы X_1 в пересчете на сухое вещество, %, допускается вычислять по формуле

$$X_1 = \frac{m_0 + m_4 - m_5}{m_0} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m_0 — масса анализируемой пробы, г;

m_4 — масса чашки, г;

m_5 — масса чашки с остатком после прокаливания, г.

2 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 %.

2.6 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.

3 Определение остатка при температуре 200 °С

3.1 Сущность метода

Медленное выпаривание при температуре 200 °С в атмосфере азота летучих веществ и серы, содержащихся в пробе, с последующим взвешиванием остатка.

3.2 Аппаратура

Лабораторная аппаратура ***(2.2), за исключением (2.2.1—2.2.3), а также:***

3.2.1 Посуда для сжигания площадью поверхности ~ 50 см^2 (например, фарфоровая лодочка для сжигания размером 80 × 60 мм; ***чашка или низкий тигель по ГОСТ 9147, чаша или низкий тигель по ГОСТ 19908 номинальной вместимостью 20 см^3).***

3.2.2 Электрическая печь ***типа СНОЛ,*** обеспечивающая устойчивую температуру нагрева (200±10) °С.

3.2.3 Баллон с азотом ***по ГОСТ 9293, снабженный редуктором.***

3.2.4 Газопромыватель вместимостью 200 ***см³ (склянка для промывания газов номинальной вместимостью 200 см³ по ГОСТ 25336),*** на 3/4 заполненный серной кислотой **плотностью** ρ ~ 1,84 ***г/см³ по ГОСТ 4204.***

3.3 Отбор и подготовка проб

См. 2.3.

3.4 Методика определения

3.4.1 Проба для определения

2 г пробы (3.3), взвешенной с точностью до 0,0002 г, помещают в предварительно высушенную при температуре 200 °С, охлажденную в эксикаторе и взвешенную с точностью до 0,0002 г посуду (3.2.1).

3.4.2 Определение

Печь (3.2.2), нагретую до температуры (200±10) °С, заполняют азотом. Для этого на дне печи рядом с впускным отверстием должна быть вмонтирована стеклянная трубка, соединенная резиновыми трубками с газопромывателем (3.2.4) и затем с редуктором баллона с азотом (3.2.3). Скорость подачи азота регулируют до 2—3 пузырьков в секунду.

Посуду с пробой (3.4.1) помещают в печь (3.2.2), нагретую до температуры (200±10) °С, и прокаливают до постоянной массы. Для этого требуется около 10 ч.

Посуду вынимают из печи, охлаждают в эксикаторе в течение ~ ***30 мин*** и взвешивают с точностью до 0,0002 г. Затем снова помещают посуду в печь и повторяют ***через каждые ~ 30 мин*** все операции до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет меньше 0,001 г.

3.5 Обработка результатов определения

Содержание (***массовую долю***) остатка после прокаливания при температуре 200 °С X_2 в пересчете на сухое вещество, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_3}{m_2} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m_3 — масса остатка после прокаливания при температуре 200 °С, г;

m_2 — масса анализируемой пробы, г.

Примечания

1 Массовую долю остатка после прокаливания при температуре 200 °С X_2 в пересчете на сухое вещество, %, допускается вычислять по формуле

$$X_2 = \frac{m_2 + m_6 - m_7}{m_2} \cdot 100, \qquad (4)$$

где m_2 — масса анализируемой пробы, г;

m_6 — масса посуды (3.2.1), г;

m_7 — масса посуды с остатком после прокаливания, г.

2 Результаты определений округляют до значащих цифр в соответствии с нормами, уст ановленными стандартами или другим нормативным документом на техническую серу.

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 %.

4 Массовую долю нелетучих при температуре 200 °С X_3 битумных соединений в пересчете на сухое вещество, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = X_1 \cdot X_2, \qquad (5)$$

где X_1 — см. 2.5;

X_2 — см. 3.5.

3.6 Протокол определения

См. 2.6.

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 4204—77 Кислота серная. Технические условия

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

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

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. 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

УДК 661.21:543.822:006.354 МКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: техническая сера, проба, содержание, массовая доля, зола, остаток

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 10.06.99. Подписано в печать 10.08.99. Усл. печ..л0,93. Уч.-изд. л. 0,67.
Тираж 219 экз. С/Д 3635. Зак. 772.

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