УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Метод определения серы

Graphite. Method for determination of sulphur

ГОСТ 17818.17—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает весовой метод определения общей серы.

Сущность метода заключается в сжигании навески графита со смесью Эшка, окисления серы до сульфат-иона и осаждения последнего в виде сульфата бария в слабокислой среде.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электропечь сопротивления камерная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 900 °С.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Смесь Эшка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации 10 г/дм³.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор концентрации 100 г/дм³.

Метиловый оранжевый, раствор концентрации 1 г/дм³.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый, прокаленный при температуре 700—800 °С, для заполнения эксикатора.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску графита массой 1 г помещают в фарфоровый тигель, в который предварительно помещено 3 г смеси Эшка, тщательно перемешивают содержимое и покрывают еще 2 г смеси Эшка. Тигель помещают в холодную печь и постепенно поднимают температуру печи до 850 °С и выдерживают при этой температуре не менее 2 ч.

После сжигания навески графита тигель вынимают из печи и охлаждают. Содержимое тигля переносят в стакан, обмывая стенки тигля горячей водой. Общий объем раствора должен быть не более 150 см^3. Раствор нагревают до кипения и фильтруют в стакан вместимостью 400 см^3 через двойной фильтр «синяя лента». Остаток на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают. Общее количество полученного раствора должно быть не более 250 см^3.

К фильтрату приливают 2—3 капли индикатора метилового оранжевого и по каплям разбавленную соляную кислоту до изменения окраски раствора из желтой в розовую и в избыток 1 см^3. Затем для вытеснения двуокиси углерода раствор кипятят в течение 5 мин.

В горячий раствор при постоянном перемешивании медленно, по каплям, прибавляют 10 см^3 горячего раствора хлористого бария.

Раствор с осадком сернокислого бария оставляют на 2—3 ч (можно оставить на ночь), а затем фильтруют через фильтр «синяя лента», промывая осадок теплой водой до отсутствия хлорионов в фильтрате (отсутствие реакции с азотнокислым серебром). Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают при 800—850 °С в течение 30 мин. После извлечения тигля из печи и охлаждения в эксикаторе до комнатной температуры его взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю серы (X_S) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса сернокислого бария, полученная при анализе графита, г;

m_2 — масса сернокислого бария, полученная при контрольном опыте, г;

0,1374 — коэффициент пересчета массы сернокислого бария на серу;

m — масса навески графита, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,3 включ	0,04
Св 0,3 » 0,5 »	0,06
» 0,5 » 1,0 »	0,08

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **А. М. Набойщиков**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1277—75	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4108—72	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 17818.0—90	1

gost.e-ecolog.ru