

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОКС

УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ

ГОСТ 4339—74

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.749.2 : 546.22.06 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 4339—74*

КОКС

Ускоренный метод определения содержания общей серы

Coke. Rapid method for the determination of total sulphur content

Взамен ГОСТ 4339—65

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 апреля 1974 г. № 976 срок введения установлен

с 01.01. 1975 г.
до 01.01. 1985 г.

Проверен в 1979 г. Срок действия продлен

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный и пековый кокс и устанавливает ускоренный метод определения содержания общей серы.

Сущность метода заключается в сжигании навески кокса в струе воздуха или кислорода, улавливании и окислении сернистых соединений раствором перекиси водорода и объемном определении образовавшейся в растворе серной кислоты.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 23083—78.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания применяют следующую аппаратуру и реактивы:

печь трубчатую горизонтальную с электрическим обогревом и терморегулятором или с селитовыми нагревателями, обеспечивающую температуру нагрева до 1300°С;

термопару платинородий-платиновую для замера температуры до 1300°С по ГОСТ 6616—74;

милливольтметр по ГОСТ 9736—68 или потенциометр с градуировкой шкалы от 0 до 1300°С или от 0 до 1600°С;

вакуум-насос лабораторный, баллон с кислородом, общую систему для нагнетания воздуха или другие приспособления для нагнетания;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (декабрь 1979 г.) с изменением № 1, утвержденным в ноябре 1979 г. (ИУС 12—1979 г.).*

© Издательство стандартов, 1980

трубку кварцевую или фарфоровую с внутренним диаметром 18—24 мм и длиной не более 1000 мм;

лодочки фарфоровые № 1 или 2 по ГОСТ 9147—73 (слой навески кокса должен быть не более 0,1 г/см^2). Допускается применять кварцевые лодочки;

реометр стеклянный лабораторный по ГОСТ 9932—75 для измерения скорости подачи воздуха или кислорода;

склянки Дрекселя по ГОСТ 10378—73;

трубку U-образную с хлористым кальцием;

пипетки вместимостью 3 мл;

бюретку с автоматическим нулем вместимостью 10—25 мл по ГОСТ 1770—74 или при ее отсутствии любую другую вместимостью не менее 5 мл;

колбу коническую вместимостью не менее 250 мл по ГОСТ 10394—72;

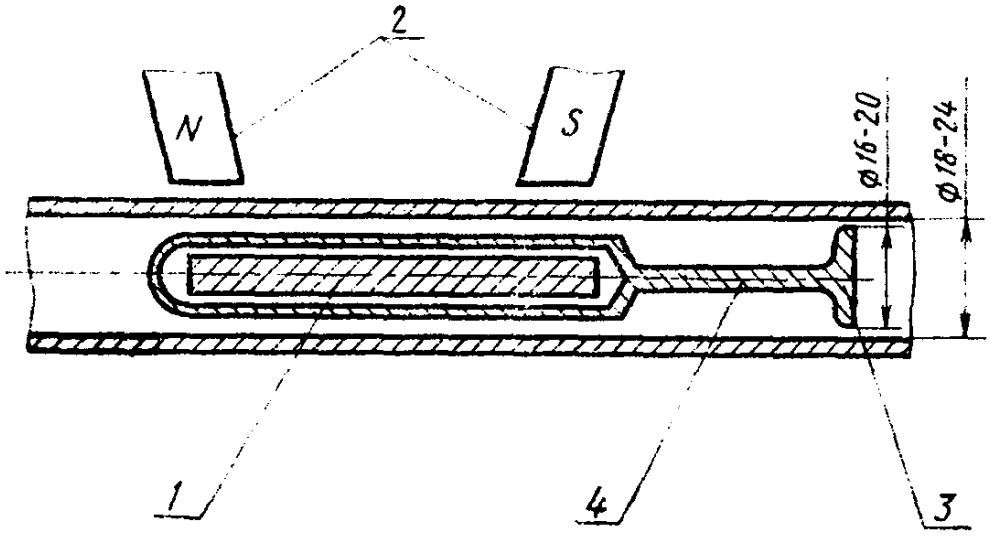
плитку электрическую;

эксикатор по ГОСТ 6371—73 с серной кислотой по ГОСТ 4204—77 или гранулированным хлористым кальцием по ГОСТ 450—77;

весы лабораторные 1 и 2-го классов точности по ГОСТ 19491—74;

капельницу;

крючок из нихромовой проволоки или толкатель магнитный кварцевый (черт. 1);



1—стержень из мягкого железа; *2*—магнит; *3*—диск толкателя; *4*—кварцевая часть толкателя

Черт. 1

трубки стеклянные и резиновые для соединения аппаратуры, пробки резиновые;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 177—77, 3%-ный водный раствор;

калия гидрат окиси (кали едкое) или гидрат окиси натрия (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а., 0,05 н. водный раствор и 10%-ный водный раствор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 5%-ный щелочной раствор (готовят растворением навески $KMnO_4$ в 10%-ном растворе КОН или NaOH);

образец стандартный кокса по ГОСТ 8.315—78 или заводскую нормаль кокса, приготовленную по п. 3.3 настоящего стандарта;

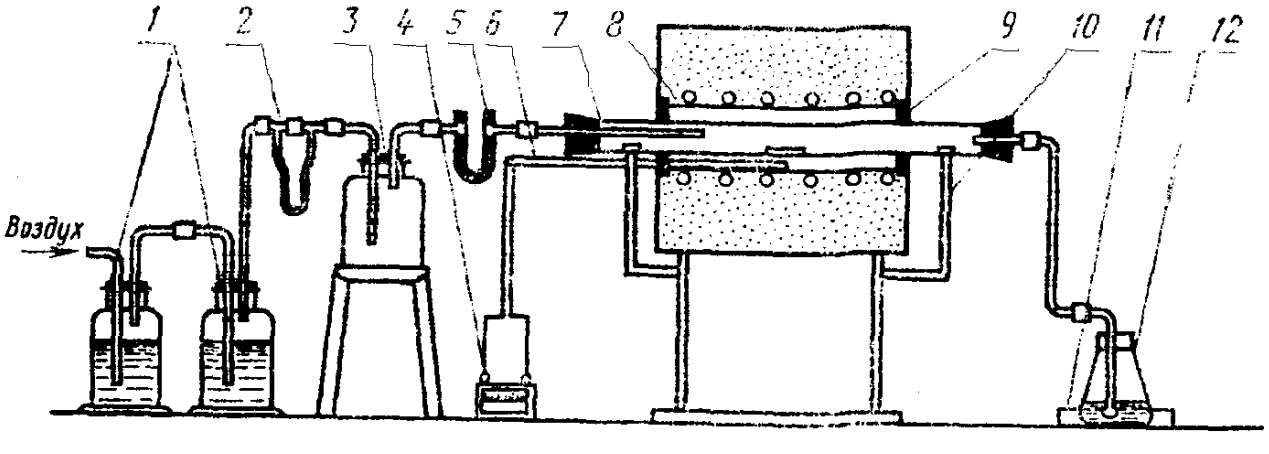
индикатор — смесь 2%-ного спиртового раствора метилового красного по ГОСТ 5853—51 с 0,1%-ным спиртовым раствором метиленового синего в соотношении 1 : 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Собирают установку по схеме, приведенной на черт. 2.

3.2. В коническую поглотительную колбу или склянку Дрекселя наливают 100 мл дистиллированной воды и 3 мл 3%-ного раствора перекиси водорода.



1—склянка Дрекселя; *2*—реометр стеклянный; *3*—склянка буферная; *4*—гальванометр; *5*—*U*-образная трубка; *6*—термопара; *7*—трубка кварцевая; *8*—печь трубчатая электрическая с терморегулятором; *9*—шайба; *10*—опора для кварцевой трубки; *11*—противень для установки поглотительного сосуда; *12*—колба поглотительная коническая

Черт. 2

При анализе кокса с содержанием серы более 1,0% применяют дополнительно вторую поглотительную склянку, соединенную последовательно с первой, с тем же количеством поглотителя.

В очистительные склянки Дрекселя наливают на 2/3 объема 5%-ного щелочного раствора $KMnO_4$.

В печь вставляют кварцевую трубку. Трубку закрывают с обоих концов резиновыми пробками, в отверстия которых вставлены стеклянные трубки. Внутреннюю торцовую поверхность пробок закрывают асбестовыми прокладками.

С одной стороны трубки подсоединяют очистительные и буферную склянки и реометр; с другой стороны — стеклянную трубку, заканчивающуюся барботером, опущенным в поглотительную коническую колбу.

Очистительные и поглотительные склянки соединяют между собой встык с помощью резиновых трубок.

Перед сборкой установки все резиновые трубки и пробки должны быть вымыты и прокипячены в дистиллированной воде.

Все соединения аппаратуры должны быть тщательно пригнаны и проверены на герметичность.

После проверки на герметичность включают печь в электросеть и разогревают ее до температуры 1150±50°С, которую поддерживают в течение всего испытания.

3.3. Определение титра щелочного раствора

3.3.1. Титр раствора щелочи NaOH или KOH устанавливают по содержанию серы в нормали кокса.

В качестве нормали могут служить:

приготовленная на каждом заводе средняя проба кокса, которую составляют из среднесменных аналитических проб, поступающих в лабораторию в течение пяти суток. Содержание серы в нормали, приготовленной заводом, определяют методом Эшка по ГОСТ 8606—72 как средней из результатов анализа 10 навесок. В случае изменения состава шихты и содержания серы в коксе готовят новую нормаль;

стандартные образцы кокса, близкие по химическому составу и содержанию серы к коксу данного завода, изготовленные Свердловским Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартных образцов (ВНИИСО). Содержание серы в стандартных образцах кокса должно быть указано в свидетельстве.

3.3.2. Для установления титра раствора щелочи сжигают в трубчатой печи пять навесок нормали кокса, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, и определяют количество миллилитров раствора щелочи, израсходованное на титрование серной кислоты.

3.3.3. Титр раствора щелочи, выраженный в г/мл, вычисляют по формуле

$$T = \frac{S \cdot m}{V \cdot 100},$$

где S — количество серы в нормали кокса, %;

m — масса навески нормали, г;

V — объем щелочи, израсходованный на титрование, мл.

При одной и той же величине навески, сжигаемой при уста-

новке титра и при определении серы в пробе, титр щелочи вычисляют по формуле

$$T = \frac{S}{V \cdot 100} .$$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.4. Титр раствора щелочи по нормали устанавливают один раз в месяц, а также при замене реактивов или при изготовлении новой нормали.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из аналитической пробы кокса берут в предварительно прокаленную фарфоровую или кварцевую лодочку с погрешностью не более 0,0002 г навеску кокса массой около 0,2—0,4 г — при содержании серы в коксе менее 1,0% и массой около 0,2 г — при содержании серы более 1,0%.

Лодочку с навеской кокса с помощью крючка из нихромовой проволоки или магнитного кварцевого толкателя осторожно вводят в зону наибольшего нагрева кварцевой трубки, присоединяют последнюю к установке и пропускают через систему воздух или кислород со скоростью 30—40 л/ч.

Перед поступлением в трубку воздух последовательно проходит через находящийся в склянках Дрекселя щелочной раствор марганцовокислого калия (с целью очистки), реометр, буферную склянку и U-образную трубку с хлористым кальцием.

В положении максимального нагрева лодочку выдерживают 15—25 мин при сжигании навесок в токе воздуха и 5—10 мин — в токе кислорода.

Выделившиеся при сжигании кокса сернистые соединения улавливают в поглотительной колбе, где при взаимодействии с перекисью водорода они образуют серную кислоту.

По окончании сжигания прекращают подачу воздуха (кислорода) и лодочку вынимают из трубки.

4.2. В поглотительную склянку добавляют 2—3 капли смешанного индикатора и титруют раствором едкого калия или едкого натра до перехода фиолетовой краски через синевато-серую в зеленую. При использовании второй поглотительной колбы содержимое ее переносят в первую, затем титруют.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Перед началом работы и при замене реактивов проводят контрольный опыт в тех же условиях и с таким же количеством реактивов, подвергая выдерживанию при требуемой температуре лодочку без навески. Результаты контрольного опыта учитывают при расчете содержания серы в пробе.

4.4. Периодически с целью контроля метода (не реже одного раза в месяц) проводят сжигание навески стандартного образца

кокса и результаты анализа сопоставляют с результатами, указанными в свидетельстве. При этом средний результат не должен отличаться от результата, указанного в свидетельстве, более чем на величину половины допускаемого настоящим стандартом расхождения.

4.5. Содержание общей серы определяют параллельно в двух навесках.

4.6. При каждом определении содержания общей серы в пробе кокса определяют содержание влаги (W^a) по СТ СЭВ 491—77.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание общей серы в аналитической пробе ($S^a_{общ}$) в процентах вычисляют по формуле

$$S^a_{общ} = \frac{T \cdot v \cdot 100}{m},$$

где v — количество щелочи, израсходованное на титрование сернистых соединений при сжигании навески анализируемого кокса, мл;

T — титр раствора щелочи, выраженный в г/мл;

m — масса навески, г.

5.2. При одной и той же точно взятой массе навески, сжигаемой при установке титра и при определении серы в пробе кокса, содержание ее вычисляют по формуле

$$S = v \cdot T \cdot 100.$$

5.3. Содержание общей серы в пересчете на сухую массу ($S^c_{общ}$) в процентах вычисляют по формуле

$$S^c_{общ} = S^a_{общ} \cdot \frac{100}{100 - W^a},$$

где W^a — содержание аналитической влаги в аналитической пробе кокса, %.

5.4. Результаты каждого из параллельных определений вычисляют с погрешностью не более 0,001% и округляют до 0,01%.

Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,05%.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

При расхождении между результатами двух параллельных определений более 0,05% определение повторяют.

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Ф. И. Шрайбштейн*
Корректор *В. А. Рякайте*

Сдано в наб. 20.04.80 Подп. в печ. 01.10.80 0,5 п. л. 0,41 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 3133

gost.e-ecolog.ru