УДК 669.25 : 546.22.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 741.2—80

КОБАЛЬТ
Методы определения серы

COBALT
Methods for the determination of sulfur

Взамен
ГОСТ 741.2—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает нефелометрический и титриметрический методы определения серы.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ
(при массовой доле серы от 0,0002 до 0,002%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении кобальта, отгонке сероводорода и нефелометрическом определении серы по реакции образования сульфида свинца.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Прибор из стекла или кварца для отгонки сероводорода (черт. 1).

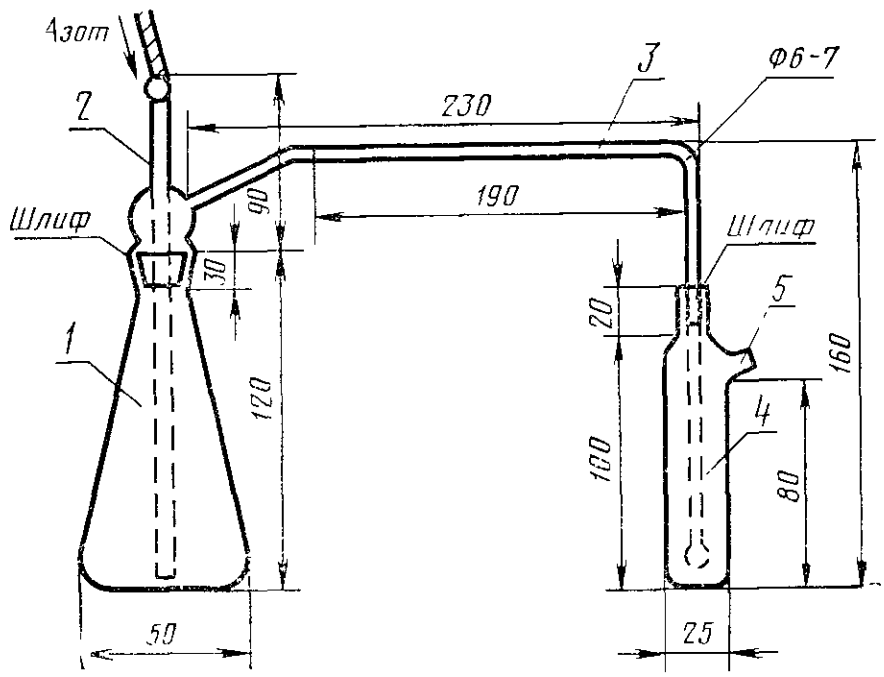
Установка состоит из следующих элементов: реакционной колбы *1*, стеклянной трубки для подачи азота *2*, соединительной трубки *3*, приемника *4*, отводной трубки приемника *5*.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 10.

gost.e-ecolog.ru

Прибор для отгонки сероводорода



Черт. 1

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота йодистоводородная по ГОСТ 4200—77, 45%-ный раствор.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, 8%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 1%-ный раствор.

Платина четыреххлористая, раствор готовят из металлической платины. 0,1 г платины растворяют при нагревании в стакане в нескольких миллилитрах смеси соляной и азотной кислот (1 : 3) и упаривают досуха. Добавляют 5 мл концентрированной соляной кислоты, 0,1 г хлористого натрия и снова выпаривают досуха. Раствор обрабатывают с добавлением соляной кислоты 4—5 раз. Сухой остаток растворяют в 20 мл соляной кислоты (1 : 1), раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл и разбавляют водой до метки. Перед применением пипеткой отбирают 4 мл раствора платины, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки соляной кислотой (1 : 10). 1 мл раствора содержит 0,04 мг платины.

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200—76.

Восстановительная смесь. В колбу вместимостью 2 л помещают 240 г гипофосфита натрия, приливают 400 мл соляной кислоты (1 : 1) и 800 мл йодистоводородной кислоты. Полученный рас-

твор кипячением выпаривают до 750 мл, пропуская при этом азот через раствор. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—77.

Раствор цитрата свинца: 5 г азотнокислого свинца растворяют в 50 мл воды и объем раствора доводят до 100 мл водой, затем добавляют 20 г лимонной кислоты и нагревают до растворения. При выпадении осадка, образовавшегося при хранении, раствор сливают декантацией. Для работы применяют только прозрачный раствор.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Азот газообразный в баллонах по ГОСТ 9293—74.

Стандартный раствор серы.

Раствор А: 1,109 г прокаленного сернокислого натрия растворяют в воде и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл.

1 мл раствора содержит примерно 1 мг серы. Точный титр раствора А устанавливают весовым баритным методом.

Раствор Б готовят разведением раствора А в 100 раз.

2.3. Подготовка к анализу

Для очистки системы в реакционную колбу прибора наливают 5 мл соляной кислоты и 20 мл восстановительной смеси, присоединяют колбу к приемнику, в который предварительно наливают 15 мл раствора аммиака. Приемник погружают в стакан с измельченным льдом. Реакционную колбу помещают на плиту с закрытой спиралью и ведут отгонку до появления белых паров из отводной трубки приемника.

2.4. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 2 г растворяют в колбе с длинным горлом вместимостью 100 мл в 25 мл соляной кислоты и 1,0 мл раствора четыреххлористой платины при умеренном нагревании и осторожном перемешивании.

После растворения навески раствор упаривают до 10 мл, охлаждают и закрывают колбу пробкой. После подготовки прибора к анализу раствор помещают в реакционную колбу прибора, ополаскивают колбу, в которой велось разложение, 10 мл восстановительной смеси и приливают еще 10 мл восстановительной смеси. Колбу тотчас присоединяют к приемнику, в который предварительно было налито 15 мл раствора аммиака. Приемник погружают в стакан с измельченным льдом (лед следует периодически добавлять) и пропускают через прибор азот со скоростью два пузырька в секунду в течение 5 мин для вытеснения воздуха из всей системы. Проверяют герметичность прибора, пропуская азот. Если скорость азота в реакционной колбе и в приемнике одинакова, то прибор герметичен.

Не прекращая подачи азота, помещают реакционную колбу на

горячую электроплитку с закрытой спиралью и проводят отгонку сероводорода при кипячении раствора. Отгонку ведут 5—6 мин после появления белых паров, выходящих из отводной трубки приемника.

По истечении указанного времени реакционную колбу снимают с электроплитки, отсоединяют приемник и быстро переливают аммиачный раствор в градуированный цилиндр вместимостью 50 мл с притертой пробкой. Туда же приливают 2 мл цитрата свинца, доводят объем раствора аммиаком до 50 мл, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора не позднее, чем через 15 мин с момента добавления цитрата свинца на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 400 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт. Из величины оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта и находят массовую долю серы по градуировочному графику.

2.5. Построение градуировочного графика

В реакционную колбу прибора вводят последовательно 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 и 5 мл стандартного раствора Б, добавляют 5 мл соляной кислоты и 20 мл восстановительной смеси. Далее проводят анализ, как указано в п. 2.4.

Из величин оптических плотностей стандартных растворов, вычитают значение оптической плотности раствора, не содержащего серу, и строят градуировочный график.

2.6. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса серы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г.

2.6.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0002 до 0,0005	20
Св. 0,0005 до 0,002	10

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ
(при массовой доле серы от 0,002 до 0,05%)

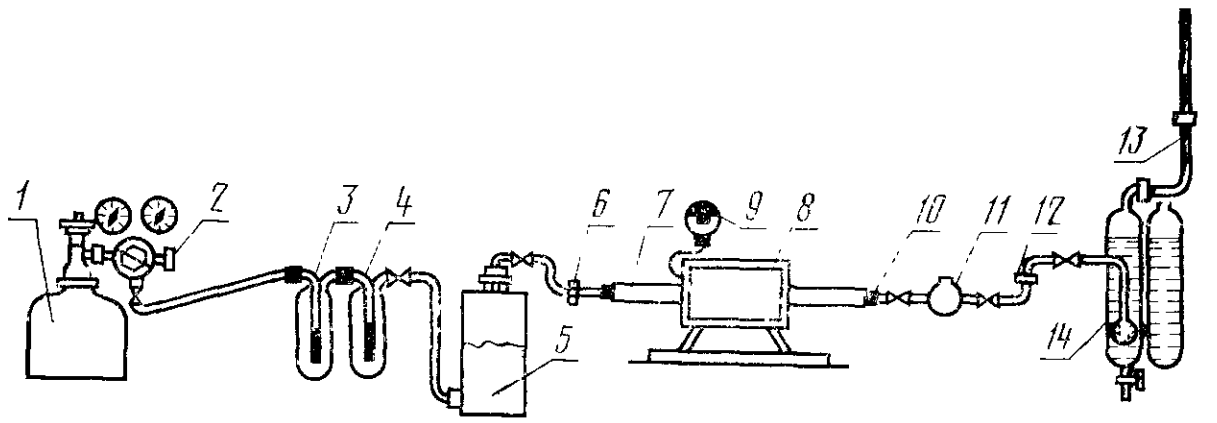
3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании навески металла в токе кислорода при 1300—1350 °С, поглощении образовавшегося сернистого ангидрида водой и титровании его раствором йода в присутствии индикатора крахмала.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения серы (черт. 2) состоит из баллона с кислородом *1*, снабженного редукционным вентилем *2* для регулирования скорости поступления кислорода в печь, склянки Ти-

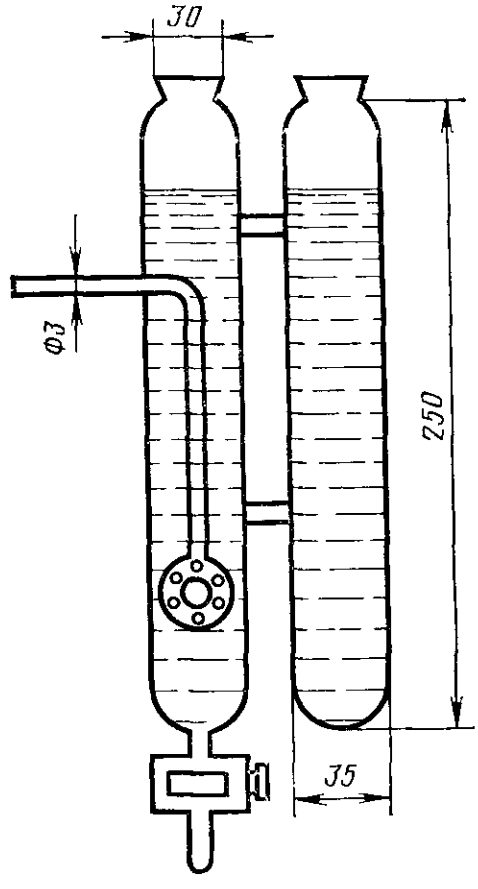
Установка для определения серы



Черт. 2

щенко или Дрекселя *3*, содержащей 4%-ный раствор марганцовокислого калия в 50%-ном растворе гидроокиси калия, поглотительной склянки *4* любой конструкции, содержащей концентрированную серную кислоту, склянки *5* для осушения кислорода, содержащей хлористый кальций, трехходового крана *6* для регулирования скорости пропускания кислорода, фарфоровой трубки *7* марки «Пиролан» длиной 650—750 мм и внутренним диаметром 18—22 мм. Концы трубки, выходящие из печи, должны быть длиной не менее 100 мм. Перед началом работы трубка должна быть прокалена в токе кислорода при 1300—1350 °С и проверена на герметичность, трубчатой печи *8* с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагрев до 1350 °С, терморегулятора *9* для регулирования и поддержания необходимой температуры в печи с термопарой и гальванометром, медных муфточек (холодильников) *10* для охлаждения концов фарфоровой трубки, пылеуловителя *11*, наполненного стеклянной ватой, двухходового крана *12*, микробюретки *13* вместимостью 5 мл, адсорбционного аппарата *14*, схема которого приведена на черт. 3, состоящего из двух равных

Адсорбционный аппарат



Черт. 3

сосудов, соединенных стеклянными перемычками. Левый сосуд является адсорбционным, в нижней его части имеется кран для слива оттитрованной поглотительной жидкости по окончании анализа. В правый сосуд наливается жидкость, служащая для контроля.

Лодочки фарфоровые неглазурованные № 2 по ГОСТ 6675—73. Перед применением лодочки прокаливают в токе кислорода при 1250—1300 °С.

Трубки эластичные резиновые внутренним диаметром 5—6 мм.

Кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583—78.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 50%-ный раствор.

Йод по ГОСТ 4159—79.

0,01 н. раствор йода: 0,127 г кристаллического йода растворяют в 50 мл 50%-ного раствора йодистого калия и разбавляют водой до 1 л. Раствор сохраняют в склянке из темного стекла.

Титр раствора йода по сере устанавливают по стандартному образцу никеля или стали, содержащему примерно одинаковое с анализируемым количество серы.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 4%-ный раствор.

Калия гидроокись, 50%-ный раствор.

Кальций хлористый кристаллический.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор, содержащий 1—2 капли раствора йода, свежеприготовленный.

Плавень. Медь по ГОСТ 859—78, марки М1 в виде полоски толщиной 0,5—1 мм.

Допускается использование других приборов, обеспечивающих требуемую точность анализа.

3.3. Подготовка к анализу

Все элементы установки соединяют друг с другом встык при помощи резиновых трубок. Печь нагревают до 1300—1350 °С, предварительно пустив ток водопроводной воды в муфточки для охлаждения пробок. Проверяют установку на герметичность, для чего открывают трехходовой кран *6* (см. черт. 2) на воздух, осторожно открывают вентиль и пропускают кислород, расходуя 20—30 пузырьков в 1 мин. Переключают кран *6* так, чтобы кислород поступал в печь и закрывают кран *12*. Через 2—3 мин должно прекратиться выделение пузырьков в очистительных склянках *3* и *4*. Выжидают еще 5—7 мин и, если пузырьки больше не выделяются, установку считают герметичной. Кобальтовая стружка, применяемая для анализа, должна иметь толщину 0,1—0,2 мм и ширину 1—3 мм.

3.4. Проведение анализа

Навеску кобальта 1 г помещают в фарфоровую лодочку и покрывают 1 г плавня. Затем проверяют трубку на наличие летучих восстановительных веществ. Для этого в оба сосуда поглотительного аппарата наливают по 50 мл воды и 5 мл 1%-ного раствора крахмала, добавляют из бюретки в оба сосуда несколько капель раствора йода до появления голубой окраски, нагревают печь до 1300—1350 °С и пропускают быстрый ток кислорода (20—30 пузырьков в 1 мин). Если через 4—5 мин окраска раствора в поглотительном сосуде исчезнет, то это указывает на выделение из трубки восстановительных газообразных веществ, реагирующих с йодом. В этом случае, не прекращая тока кислорода, приливают к раствору в левом сосуде еще несколько капель раствора йода до тех пор, пока голубая окраска в растворе останется неизменной и одинаковой по интенсивности с окраской раствора в правом сосуде.

После этого вынимают пробку из трубки (со стороны баллона с кислородом) и при помощи длинного проволочного крючка вводят лодочку с навеской в наиболее нагретую зону трубки. Трубку немедленно закрывают пробкой и проводят сжигание пробы.

Когда газы, поступающие из печи в поглотительный сосуд, начинают обесцвечивать раствор йода в нижней части сосуда, для их поглощения приливают раствор йода с такой скоростью, чтобы голубая окраска раствора не исчезала во время сжигания.

Раствор йода приливают до тех пор, пока окраска в левом сосуде станет одинаковой по интенсивности с окраской в правом сосуде. После этого пропускают кислород еще в течение 1 мин и, если окраска раствора не исчезнет, сжигание считают законченным.

При определении серы необходимо вводить поправку на контрольный опыт.

3.5. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, мл;

V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, мл;

T — титр раствора йода, выраженный в граммах серы;

m — масса навески кобальта, г.

3.5.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 10 отн. %.

Изменение № 1 ГОСТ 741.2—80 Кобальт. Методы определения серы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 54 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Пункт 2.2. Заменить слова: «45 %-ный раствор» на «раствор 450 $г/дм^3$», «8 %-ный раствор» на «раствор 80 $г/дм^3$», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 $г/дм^3$»; исключить слова: «(гипофосфит натрия)».

Пункт 2.6.2 изложить в новой редакции: «2.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

(Продолжение см. с. 72)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.2—80)

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0004 включ.	0,00012
Св. 0,0004 » 0,0008 »	0,0002
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0003
» 0,0015 » 0,003 »	0,0004
» 0,003 » 0,006 »	0,001
» 0,006 » 0,012 »	0,002
» 0,012 » 0,025 »	0,004
» 0,025 » 0,05 »	0,008

(Продолжение см. с. 73)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.2—80)

Пункт 3.2. Первый абзац. Исключить слова: «4 %-ный», «50 %-ном»; заменить слова: «микробюретки» на «бюретки»;

пятый абзац. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор 500 г/дм^3»;

седьмой абзац. Заменить значение: 0,01 н. на 0,005 *М*; исключить слово: «50 %-ного»;

заменить слова и ссылку: «4 %-ный раствор» на «раствор 40 г/дм^3»; «50 %-ный раствор» на «раствор 500 г/дм^3», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм^3», ГОСТ 6675—73 на ГОСТ 9147—80.

(Продолжение см. с. 74)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.2—80)

Пункт 3.4. Первый абзац. Исключить слово: «1 %-ного».

Пункт 3.5.1. Заменить слова: «*Т* — титр раствора йода, выраженный в граммах серы» на «*Т* — массовая концентрация раствора (титр) йода по сере, г/см^3».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции: «3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице».

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.2—80 Кобальт. Методы определения серы

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает нефелометрический, титриметрический и кулонометрический методы определения серы».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности пучка света, рассеянного взвешенными частицами сульфида свинца при длине волны 400 нм после предварительного восстановления сульфат-иона до сульфид-иона».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «выпаривают досуха» на «выпаривают до влажных солей»; «сухой остаток» на «влажный остаток»;

тринадцатый абзац. Заменить значение: 2 дм^3 на 2000 см^3;

три последние абзаца изложить в новой редакции: «Раствор А: 1,109 г серно-кислого натрия, предварительно высушенного при температуре 105 °С, растворяют в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают до метки водой.

1 см^3 раствора содержит примерно $1 \cdot 10^{-3}$ г серы.

Массовую концентрацию (титр) раствора А устанавливают гравиметрическим методом: 25 см^3 раствора А помещают в стакан, приливают 15 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, 100—150 см^3 воды, нагревают раствор до кипения и вливают при энергичном перемешивании 20 см^3 горячего раствора хлористого бария. Раствор нагревают до кипения и оставляют на время не менее 3 ч для укрупнения осадка серно-кислого бария. Осадок отфильтровывают на плотный беззольный фильтр, промывают осадок на фильтре горячей водой до исчезновения хлорид-иона в промывных водах (проба с раствором азотно-кислым серебром). Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 800—900 °С до постоянной массы.

Массовую концентрацию (T), г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}1373}{V}$$

где m — масса осадка сульфата бария, найденная в аликвотной части раствора, г;

m_1 — масса осадка сульфата бария, найденная в растворе контрольного опыта, г;

0,1373 — коэффициент пересчета массы серно-кислого бария на массу серы;

V — объем аликвотной части раствора, см^3.

Раствор Б готовят разведением водой раствора А в 100 раз».

Пункт 2.4. Последний абзац. Исключить слова: «в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм»; заменить слова: «оптическая плотность» на «светопоглощение»; «на фотоколориметре с синим светофильтром» на «при длине волны 400 нм»; «Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта и находят массовую долю серы по градуировочному графику» на «Массу серы в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу серы в растворе контрольного опыта».

Пункты 2.5, 2.6.2, 3.5.2 изложить в новой редакции: «2.5. Построение градуировочного графика

В реакционную колбу прибора вводят последовательно 0; 0,25, 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует (0; 2,5; 5,0;

(Продолжение см. с. 28)

10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0)·10^{-3} г, приливают 5 см³ соляной кислоты и 20 см³ раствора восстановительной смеси и далее в соответствии с п. 2.4.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам серы строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего серы.

2.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	*D*
От 0,0002 до 0,0004 включ.	0,0001	0,0002
Св. 0,0004 » 0,0008 »	0,0002	0,0003
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0003	0,0004
» 0,0015 » 0,0030 »	0,0005	0,0005
» 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001
» 0,006 » 0,012 »	0,002	0,002
» 0,012 » 0,025 »	0,004	0,004
» 0,025 » 0,050 »	0,008	0,008
» 0,05 » 0,08 »	0,01	0,01
» 0,08 » 0,20 »	0,02	0,02

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1».

Стандарт дополнить разделом — 4: «4. **Метод кулонометрический**

(при массовой доле серы от 0,006 до 0,1 %)

4.1. Сущность метода

Метод основан на автоматическом кулонометрическом титровании поглотительного раствора по величине pH после сжигания навески анализируемой пробы в токе кислорода при температуре 1350—1400 °С с добавлением плавня (оксид ванадия).

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Анализатор типа АС-7932, в том числе в комплекте с автоматическими весами типа АВ-7301. Допускается применение приборов другого типа, обеспечивающих требуемую точность анализа.

Лодочки по ГОСТ 9147—80, предварительно прокаленные в токе кислорода при рабочей температуре в течение двух минут.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Магний хлорно-кислый (ангидрон), безводный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 М раствор.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—86.

Поглотительный раствор для анализатора АС-7932: 30 г бария хлористого, 70 г калия хлористого растворяют в 250 см³ воды с добавлением 15 см³ раствора соляной кислоты в 20 см³ пероксида водорода, затем доливают до 1000 см³ водой.

(Продолжение см. с. 29)

Вспомогательный раствор: 200 г калия хлористого растворяют в 250 см³ воды с добавлением 300 см³ раствора пероксида водорода и затем доливают до 1000 см³ водой.

Плавень: ванадия (V) оксид, предварительно прокаленный при температуре 400—450 °С в течение 3—4 ч.

4.3. Проведение анализа

Анализатор приводят в рабочее состояние, проверяют герметичность всего газового тракта и включают прибор в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В течение 2—3 мин происходит автоматическое приведение величины pH поглотительного раствора к значению 3.3.

Для градуировки анализатора АС-7932 используют государственные стандартные образцы сталей типа углеродистой с массовой долей серы от 0,001 до 0,05 %. В процессе градуировки приборов учитывают показания, полученные в результате проведения контрольного опыта (сжигания в лодочке плавня).

После градуировки прибора определяют серу в стандартных образцах на никелевой основе или в стали.

Навеску анализируемой пробы массой 0,5000—1,000 г в зависимости от массовой доли серы (см. табл. 2) помещают в прокаленную фарфоровую лодочку и прибавляют 0,4 г плавня.

Лодочку с навеской анализируемого образца и плавнем помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, которую быстро закрывают металлическим затвором, нажимают на кнопку «сброс» и устанавливают показание индикаторного цифрового табло на «0».

Температура сжигания навески анализируемой пробы 1350—1400 °С.

Анализ считают законченным, если цифровые показания табло не изменяются в течение 1 мин или изменяются на величину холостого счета прибора.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Масса навески никеля, г
От 0,006 до 0,05 включ.	1,0000
Св. 0,05 » 0,1 »	0,5000

(Продолжение см. с. 30)

Для выполнения контрольного опыта в прокаленную фарфоровую лодочку помещают плавень и сжигают при рабочей температуре в течение времени, затрачиваемого на сжигание навески анализируемого материала. При определении массовых долей серы от 0,0002 до 0,0008 % определение контрольного опыта проводят 3—5 раз в смену.

4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1(a-a_1)}{m},$$

где m_1 — масса навески, по которой отградуирован прибор, г;

a — показание цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания навески анализируемого материала, %;

a_1 — среднее арифметическое значение показаний цифрового табло прибора, полученных при проведении контрольного опыта, %;

m — масса навески кобальта, г.

При использовании анализатора в комплекте с автоматическими весами формула имеет вид $X=a-a_1$.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода *(d)*, и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода *(D)*, не должны превышать значений, приведенных в табл. 1».

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru