Издание официальное

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 127—64*
	СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ Technical sulphur	Взамен ГОСТ 127—51
		Группа Л11

Настоящий стандарт распространяется на природную серу, получаемую при переработке серных руд, и газовую, получаемую из сероводорода при плавке медных колчеданов, и при очистке газов от сероводорода.

Серу выпускают следующих видов: комовую, в чушках, чешуйчатую, гранулированную и молотую.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. По физико-химическим показателям сера должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Показатели	Нормы для серы				
	Природная			Газовая	
	Высший	1-й сорт	2-й сорт	1-й сорт	2-й сорт
1. Содержание серы в %, не менее	99,9	99,5	98,6	99,8	98,8
2. Содержание золы в %, не более	0,05	0,2	0,5	0,1	0,5
3. Кислотность в пересчете на H_2SO_4 в%, не более	0,005	0,005	0,01	0,02	0,03
4. Содержание органических веществ в %, не более	0,06	0,3	0,8	Не определяется	
в том числе содержание углерода в %, не более	0,048	0,24	0,64	Не определяется	
5. Содержание мышьяка в %, не более	0,0005	0,0005	0,003	0,01	0,05
6. Содержание влаги в %, не более	0,2	2,0	2,0	0,2	0,5

Примечания:

1. Содержание серы, золы, органических веществ, кислотности и мышьяка даны в пересчете на сухое вещество. При взаиморасчетах с потребителями содержание влаги в природной сере 1-го и 2-го сорта не входит в общее количество поставляемой продукции.

Внесен Государственным комитетом химической промышленности при Госплане СССР	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 19/V 1964 г.	Срок введения 1/I 1966 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. Для целлюлозно-бумажной промышленности должна поставляться природная или газовая сера, не содержащая селена.

3. Содержание влаги в высшем сорте природной серы в случае транспортирования ее в незатаренном виде допускается не более 0,5%, за исключением серы, поставляемой на помол.

4. По требованию потребителей (сероуглеродная промышленность, а также для производства серной кислоты по короткой схеме) поставщик гарантирует содержание битумов в 1-ом сорте не более 0,15% (без проведения определения).

5. Резиновой промышленности поставляется молотая сера высшего сорта с влажностью не более 0,05%. Сера других сортов может поставляться только с согласия потребителя.

(Срок введения в действие примечания 5 в части влаги — 1 января 1968 г.).

6. Сера на экспорт по своим техническим характеристикам, упаковке и маркировке поставляется по специальным требованиям Министерства внешней торговли СССР.

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандартов» № 2 1966 г.).

2. Молотая сера по физико-химическим показателям должна соответствовать требованиям, указанным в п. 1, за исключением содержания влаги, которая должна быть не более 0,5% для 1-го и 2-го сортов природной серы.

Гранулометрический состав молотой серы должен соответствовать указанному в табл. 2.

Таблица 2

Ситовая характеристика	Класс	
	А	Б
1. Остаток на сите с размером сторон ячеек в свету 0,14 *мм* (ГОСТ 3584—53) в %, не более	0,1	4
2. Остаток на сите с размером сторон ячеек в свету 0,071 *мм* (ГОСТ 3584—53) в %, не более	4	4

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандартов» № 2 1966 г.).

3. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика.

Предприятие-поставщик должно гарантировать соответствие всей выпускаемой серы требованиям настоящего стандарта.

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4. Для контрольной проверки потребителем качества продукции, а также соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта должны применяться правила отбора проб и методы испытаний, указанные ниже.

5. При контрольной проверке пробы комовой серы отбирают из каждого вагона по схеме 1 для двухосных и по схеме 2 для четырехосных вагонов, соответственно в 5 или 14 точках.

Расстояние между точками должно быть около 2 *м*. Из каждой точки отбирают пробу весом не менее 1 *кг*. От крупных кусков и чушек из трех различных точек молотком отбивают куски размером в поперечнике не более 25 *мм*.

Общий вес отобранных проб должен быть не менее 5 *кг* для двухосных и не менее 15 *кг* для четырехосных вагонов.

6. Отобранные пробы соединяют вместе, измельчают до крупности 10 *мм* и тщательно перемешивают.

Методом квартования получают среднюю пробу весом до 1 *кг*; измельчение продолжают до крупности 0,1 *мм*.

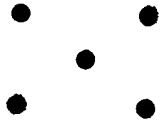


Схема 1

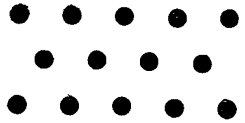


Схема 2

7. Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую плотно закрываемую банку. На банку наклеивают этикетку с обозначениями: наименования предприятия-поставщика, сорта серы, номеров вагонов, из которых взята проба, и даты отбора проб.

Банку передают в лабораторию для производства анализа.

8. Пробы чешуйчатой серы отбирают из каждого вагона при помощи щупа не менее чем в 5 точках из двухосных и в 14 точках из четырехосных вагонов, равномерно расположенных по всей площади вагона, в два приема из загруженного наполовину и из полностью загруженного вагона. Общий вес отобранных проб должен быть не менее 5 *кг* для двухосных и 15 *кг* для четырехосных вагонов. Отобранные пробы соединяют вместе и дальнейшие операции производят по пп. 6 и 7 настоящего стандарта.

9. Пробы молотой серы отбирают от 5% мешков партии щупом, погружая его на $^4/_5$ глубины мешка, но не менее чем из 5 мешков при малых партиях. Вес пробы должен быть не менее 50 *г*.

Отобранные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают. Методом квартования получают среднюю пробу весом 0,5 *кг*, которую помещают в чистую сухую плотно закрываемую банку. На банку наклеивают этикетку с обозначениями: сорта серы, наименования предприятия-поставщика, номеров вагонов и даты отбора проб.

Банку передают в лабораторию для производства анализа.

10. Содержание серы в процентах определяют вычитанием из продукта, принятого за 100%, содержания золы, органических веществ и мышьяка.

11. Определение содержания влаги. От измельченной до 10 *мм* серы отбирают среднюю пробу весом 100 *г*, быстро измельчают до прохождения через сито 1 *мм* и берут около 20 *г*, взвешивают с точностью до 0,01 *г* и сушат при температуре 60—70°С до постоянного веса.

Содержание влаги в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(G - G_1) \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска серы в *г*;

G_1—вес серы после сушки в *г*.

12. Определение содержания золы. Около 10 *г* серы взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель и осторожно нагревают до полного сгорания серы, затем тигель с остатком переносят в муфельную печь и прокаливают при температуре 700—800°С до постоянного веса.

Содержание золы в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска испытуемой серы в *г*;

G_1—вес прокаленного остатка в *г*.

13. Определение кислотности

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 8314—57, свеженейтрализованный.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Кали едкое по ГОСТ 4203—65, 0,01 н раствор или

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, 0,01 н раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, не содержащая CO_2.

б) *Проведение испытания*

Около 25 *г* испытуемой серы взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан, смачивают спиртом, прибавляют 200 *мл* воды и, накрыв стакан часовым стеклом, кипятят в течение 15—20 *мин*, периодически перемешивая, и затем охлаждают. Содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, доводят водой, не содержащей CO_2, объем раствора до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр, отбрасывая первые 10—15 *мл* фильтрата.

Пипеткой отбирают 100 *мл* фильтрата, помещают в стакан или колбу и титруют раствором едкого кали или натра в присутствии индикатора фенолфталеина.

Кислотность серы в процентах (X_2) в пересчете на серную кислоту вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}00049 \cdot 250 \cdot 100}{G \cdot 100},$$

где:

V—объем точно 0,01 н раствора едкого кали или едкого натра, пошедший на титрование испытуемой пробы, после вычитания контрольного титрования;

0,00049—количество серной кислоты, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 н раствора едкого кали или едкого натра, в *г*;

G—навеска испытуемой серы в *г*.

Примечание. Одновременно проводят контрольное титрование воды и спирта (без навески) в тех же условиях, как при проведении испытания пробы.

14. Определение содержания органических веществ по углероду

А. Спектральный метод (арбитражный)

а) *Применяемые аппаратура и материалы*

Спектрограф ИСП-30 (или ИСП-22, или ИСП-28) с трехлинзовым кварцевым конденсором.

Генератор дуги переменного тока ДГ-2 в режиме низковольтной искры.

Микрофотометр МФ-2 или МФ-4.

Электроды алюминиевые марки АД-1 диаметром 6 *мм*. Верхние электроды заточены на полусферу, в нижних высверлен цилиндрический канал диаметром 4,5 *мм* глубиной 2,5 *мм* (электроды можно готовить с помощью штампа).

Тарелочка дозированная для заполнения электродов пробой, представляющая собой алюминиевую пластину размером 24×70×5 *мм*, в которой фрезой сделано плоское углубление глубиной 3 *мм* и размером 16×16 *мм*.

Фольга алюминиевая для хранения эталонов.

Ступка металлическая хромированная диаметром 90 *мм*.

Фотопластинки спектрографические типа II чувствительностью 16 или 22 единицы по ГОСТ 10691—63.

Проявитель № 1; готовят из следующих реактивов:

метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 24—60	1 *г*
натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—66	20 „
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63	26 „
гидрохинон по ГОСТ 2549—60	5 „
калий бромистый по ГОСТ 4160—65	1 „
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53	до 1 *л*

Фиксаж (быстродействующий):

натрий серноватистокислый (тиосульфит натрия) по ГОСТ 4215—66	250 *г*
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60	50 „
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53	до 1 *л*

Приготовление исходного эталона

Исходный эталон серы готовят следующим образом. 4 *г* каменноугольного пека, содержащего 70—80% связанного углерода, сплавляют со 196 *г* чистой серы в кварцевой чашке при температуре 140°С при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой в течение 10 *мин*. Полученный сплав серы и пека фильтруют под вакуумом через фильтр-тигель с пористой пластинкой ПС-4 (ГОСТ 9775—61) для удаления минеральных примесей и элементарного углерода. Фильтрат помещают в фарфоровую чашку, предварительно смоченную дистиллированной водой. После остывания полученную серу измельчают и пропускают через сито с размером сторон ячеек в свету 0,1 *мм*.

В полученном исходном эталоне углерод определяют химическим газообъемным методом, повторяя определение 10 раз. За истинное содержание углерода принимают среднее арифметическое 10 определений.

Приготовление рабочих эталонов

Эталоны серы с содержанием углерода 1; 0,3; 0,1; 0,05 и 0,01% готовят следующим образом. Берут исходный эталон и сплавляют с чистой серой-разбавителем (методом последовательного разбавления). В сере-разбавителе углерод определяют методом добавок по Прокофьеву.

Сплавление серы производят в кварцевой чашке, помещенной на закрытую электроплитку при температуре 140±2°С.

Каждый эталон готовят в количестве не менее 30 *г*.

Подготовка испытуемой пробы

5—7 *г* серы измельчают и пропускают через сито с размером сторон ячеек в свету 0,1 *мм*. Непрошедший через сито остаток снова измельчают в ступке и пропускают через то же сито.

Подготовка электродов

Алюминиевые электроды, изготовленные на токарном станке или с помощью штампа, протирают и промывают в ацетоне или бензоле с целью удаления следов смазочных масел, просушивают под тягой и затем на алюминиевом противне обжигают в муфельной печи при температуре 500°С в течение 20 *мин* для удаления следов органических соединений. После охлаждения электроды помещают в закрытую стеклянную банку и хранят в сухом месте в течение двух месяцев.

б) *Проведение испытания*

Фотографирование спектров

Алюминиевые электроды закрепляют в штативе так, чтобы их геометрические оси совпадали. В верхний зажим держателя вставляют верхний электрод, нижний электрод заполняют испытуемой пробой или эталоном с помощью дозировочной тарелочки, для этого пробу перед съемкой помещают в дозировочную тарелочку ровным слоем, возвышающимся над тарелочкой на 3—5 *мм*. Ребром алюминиевой линейки, наклоненной к плоскости под углом 45°, делают 5—6 последовательных надрезов излишнего порошка в виде прямоугольной сетки, после чего излишек порошка срезают этой же линейкой. Нижний электрод вдавливают в слой порошка до упора в дно тарелочки и с небольшим поворотом извлекают из порошка испытуемой пробы или эталона. Спектры эталонов и проб фотографируют в режиме низковольтной искры от генератора ДГ-2. На одной фотопластинке снимают по 3 раза спектры испытуемой пробы и эталонов (не менее 3 эталонов). Для каждого спектра берут новую пару электродов.

Условия съемки спектрограммы

Сила тока—5 *а* (положение переключателя реостата 80 *ом*, 10 *а*).

Экспозиция—20 *сек*.

Расстояние между электродами—2 *мм*.

Ширина щели—0,015 *мм*.

Освещение щели с помощью трехлинзового конденсора с диафрагмой—3,2 *мм*.

Обработка спектрограммы и подсчет результатов анализа

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают. Затем проводят фотометрирование спектральных линий, промеряя почернения линий углерода ($S_л$ +ф) и фона ($S_ф$) у линии и находят разность между ними: $S=S_л$ +ф—$S_ф$. Аналитической линией углерода служит линия 2478,57. Затем находят среднее арифметическое $\Delta S_{ср}$ для испытуемой пробы и эталонов и строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций соответствующих эталонов, а по оси ординат—соответствующие этим концентрациям значения $\Delta S_{ср}$. Пользуясь этими графиками, находят содержание углерода в процентах (C) в испытуемой пробе.

Содержание органического вещества в процентах ($X_з$) вычисляют по формуле:

$$X_з = C \cdot 1{,}25,$$

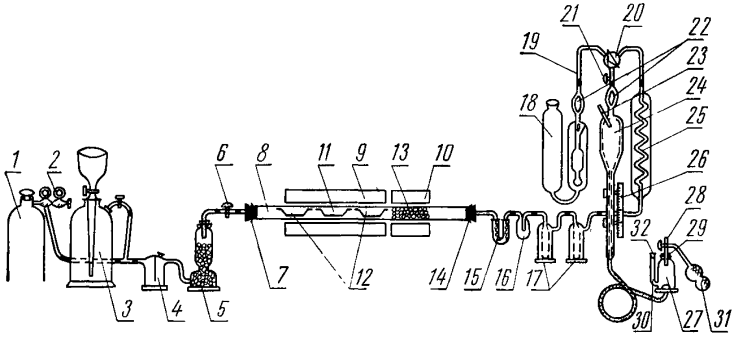
где:

C—содержание углерода в %;

1,25—коэффициент для перевода углерода в органическое вещество.

Б. Газообъемный метод

Определение содержания углерода производят на установке по схеме, указанной на чертеже.



а) *Описание схемы установки*

Установка состоит из двух горизонтальных трубчатых электрических печей *9* и *10*. Длина печи *9* равна 250—300 *мм*, температура нагрева 800—900°С; печь служит для сжигания пробы серы. Длина печи *10* равна 150—200 *мм*, температура нагрева 600—650°С.

В обе печи *9* и *10* вставлена фарфоровая или кварцевая трубка *8* длиной 750—800 *мм*, внутренним диаметром 18—22 *мм*. Трубка *8* должна выступать из печей не менее чем на 175 *мм* с каждой стороны. Оба конца трубки закрываются пробками *7* и *14*, в отверстия которых вставлены стеклянные трубки.

Для обеспечения полноты сгорания углерода до двуокиси углерода в трубку *8* печи *10* между асбестовыми пробками помещена медная сетка *13*, свернутая в виде цилиндра, пересыпанная силикатом кальция, не содержащего CO_2. Вместо сетки можно применять медную проволоку, медную стружку или окись меди.

Для сжигания пробы серы в печь подают кислород из баллона *1* с редуктором *2* или из газометра *3*. Кислород очищают, пропуская через склянку Тищенко *4*, содержащую 5%-ный раствор марганцовокислого калия в 35%-ном растворе едкого кали, затем через колонку 5 для сухих поглотителей, наполненную внизу, стеклянными бусами, а вверху аскаритом и гранулированным хлоридом каль-

ция, разделенными стеклянной или гигроскопической ватой. Кислород подают и выключают краном *6*.

Газы из печи для очистки от продуктов сгорания серы пропускают последовательно через U-образную трубку *15*, наполненную стеклянной или гигроскопической ватой (служащей для удержания твердых частиц, увлекаемых газом, и конденсирующегося тумана серной кислоты), через буферный сосуд *16*, препятствующий перебрасыванию хромового ангидрида в U-образную трубку *15*, через два поглотительных сосуда *17*, содержащих по 50 *мл* раствора хромового ангидрида в серной кислоте. После этого газ поступает в газоанализатор ГОУ-1, для измерения объема углекислого газа.

Газоанализатор типа ГОУ-1 состоит из газоизмерительной бюретки (эвдиометра) *24*, емкостью 250 *мл* с автоматическим затвором-поплавком *22*, термометром *23* и шкалой *26*; деления шкалы показывают процентное содержание углерода в сере при навеске пробы 1 *г*. Бюретка *24* имеет двойные стенки (рубашку), пространство между которыми через специальное отверстие вверху бюретки заполняется водой для поддержания постоянной температуры. Уравнительная склянка *27* имеет боковую трубку *30*, закрываемую пробкой *32*. Склянка *27* заполняется 400—500 *мл* 20%-ного водного раствора сернокислого натрия и закрывается резиновой пробкой *29*, в отверстие которой вставлен трехходовой кран *28* с резиновой грушей *31*. При помощи груши газовую смесь перекачивают из бюретки *24* в поглотитель и обратно, холодильника *25* и поглотительного сосуда *18*, снабженного автоматическими затворами-поплавками *22* и наполненного 35%-ным раствором едкого кали (менять не реже 1 раза в месяц). Газоизмерительная бюретка *24*, холодильник *25* и поглотительный сосуд *18* соединены между собой гребенкой *19* с центральным трехходовым краном *20* и одноходовым краном *21*, который соединяет бюретку *24* с атмосферой.

б) *Применяемые реактивы и растворы*

Кали едкое по ГОСТ 4203—65, 35%-ный раствор.

Ангидрид хромовый по ГОСТ 3776—47; хромовую смесь готовят следующим образом. 4 *г* хромового ангидрида растворяют в 10 *мл* воды, затем прибавляют небольшими порциями при постоянном помешивании 5 *мл* серной кислоты.

Натрий сернокислый кристаллический по ГОСТ 4171—66, 20%-ный водный раствор или

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—66, 10%-ный водный раствор, насыщенные углекислым газом и кислородом. К раствору прибавляют 5—6 капель серной кислоты и несколько капель индикатора метилового оранжевого (затворная жидкость).

Кальций или барий кремнекислые, не содержащие CO_2. При наличии CO_2 кальций или барий кремнекислые прокаливают в муфельной печи, затем в трубке для сжигания при температуре 950°С

в токе кислорода и сернистого газа, получаемого при сжигании эталонного образца серы.

Окись меди гранулированная по ГОСТ 4468—48.

Медная сетка или

Медная проволока или

Медная стружка.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65.

Аскарит.

Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 4161—67.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Эталонный образец серы.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

в) *Подготовка прибора к анализу*

Перед началом работы печи *9* и *10* нагревают до рабочей температуры. Проверяют все соединения и краны на герметичность и приводят аппарат в рабочее состояние. Для этого кран *20* гребенки *19* ставят в положение, при котором бюретка *24*, поглотительный сосуд *18* и холодильник *25* разобщены между собой. Открыв кран *21* на соединение бюретки *24* с атмосферой, с помощью уравнительной склянки *27* и груши *31* наполняют бюретку *24* затворной жидкостью (при этом кран *28* уравнительной склянки *27* ставят в положение разобщения с атмосферой, а трубку *30* закрывают пробкой *32*).

Как только жидкость заполнит бюретку *24*, кран *21* закрывают, а кран *20* ставят в положение, при котором бюретка *24* соединена с поглотительным сосудом *18*. Кран *28* уравнительной склянки *27* ставят на соединение с атмосферой, жидкость при этом из бюретки *24* начинает стекать в склянку *27*, уровень раствора щелочи в поглотительном сосуде *18* при этом повышается, поднимая поплавок *22*.

Как только поплавок закроет выход из поглотительного сосуда *18*, кран *20* гребенки *19* ставят в положение, при котором бюретка *24*, поглотительный сосуд *18* и холодильник *25* разобщены между собой. Малый кран *21* снова ставят на соединение бюретки с атмосферой и точно так же, как указано выше, при помощи уравнительной склянки *27*, крана *28* и груши *31* наполняют бюретку *24* жидкостью до верхнего предела (поплавок закрывает выход из бюретки). Когда бюретка *24* заполнится жидкостью, кран *21* закрывают, а кран *28* уравнительной склянки *27* ставят на соединение с атмосферой.

Если прибор герметичен, то поглотительный сосуд *18* остается заполненным, а уровень жидкости в бюретке остается без изменений. Постоянство уровня наблюдают, когда жидкость находится в узкой части бюретки *24*, отсчет проводят по делениям шкалы *26*.

Если уровни растворов опускаются, то прибор не герметичен, его следует разобрать, протереть краны, смазать их вазелином и вновь проверить на герметичность.

Убедившись в герметичности прибора, проводят контрольное определение эталонной пробы.

г) *Условия проведения испытания*

Измерительная бюретка должна быть тщательно очищена от загрязнений промывкой хромовой смесью, а затем дистиллированной водой.

При отсчете показаний шкалы бюретки необходимо всегда одинаковым способом подносить трубку *30* уравнительной склянки *27* к бюретке, держа ее так, чтобы жидкость всегда была на одном уровне. Шланг, соединяющий бюретку с уравнительной склянкой, должен находиться всегда в одном положении и не свисать со стола.

Отсчеты показаний бюретки можно проводить только после 15—20 *сек* выдержки (измеряют с помощью секундомера), чтобы жидкость могла полностью стечь со стенок.

При появлении в трубке *8* капель серной кислоты силикат кальция (бария) заменяют свежим.

Лодочки фарфоровые или кварцевые длиной 80—100 *мм* хранят в эксикаторе.

д) *Проведение испытания*

Перед началом работы в трубку для сжигания *8* при помощи медного крючка вдвигают через отверстие для пробки *7* три лодочки *11* и *12* с силикатом кальция (бария) и включают обогрев печей *9* и *10*.

Как только печи нагреются до соответствующих температур, газоанализатор ставят в рабочее положение, а трубку *8* с помощью пробок *7* и *14* соединяют с U-образной трубкой *15* и с краном *6*, после чего проводят контрольный опыт, т. е. пропускают ток кислорода через накаленную трубку *8* и наблюдают показания шкалы *26* бюретки *24* до и после поглощения двуокиси углерода.

Как только в системе исчезнет углерод, разность показаний шкалы до и после поглощения двуокиси углерода будет равна нулю или будет давать одну и ту же величину (1—2 деления шкалы), которую вычитают при расчете. Затем работу прибора проверяют по эталонному образцу серы, для этого из трубки *8* печи *9* вынимают лодочки *11* и *12*, в лодочку *11* помещают 0,3—0,5 *г* эталонного образца серы, засыпают силикатом кальция (бария). Лодочки *11* и *12* быстро вдвигают с помощью крючка в трубку *8* печи *9* и закрывают трубку резиновой пробкой *7*. Открывают кран *6* и пропускают из газометра *3* ток кислорода со скоростью 4—5 пузырьков в секунду. Кран *20* ставят в положение, при котором газовая смесь из трубки *8* через холодильник *25* поступает в бюретку *24*. Кран *20* должен быть отрегулирован так, чтобы спуск затворной жидкости из бюретки *24* в склянку *27* проходил равномерно (наполнение бюретки *24* газами должно длиться около 1—1,5 *мин*). При этом кран *28* уравнительной склянки *27* ставят на соединение с атмосферой.

Как только узкая (нижняя) часть бюретки заполнится газами и уровень жидкости достигнет нулевого деления шкалы *26*, кран *20* ставят в положение разобщения с холодильником *25*, бюреткой *24* и поглотителем *18*, прекращают подачу кислорода (закрывают кран *6*), жидкости дают стечь со стенок и через 15—20 *сек* измеряют объем полученной газовой смеси. Для этого с трубки *30* склянки *27* снимают пробку *32* и, перемещая склянку *27* при соответствующем положении крана *28* вдоль бюретки (рядом с ней), достигают положения, при котором уровни жидкости в бюретке *24* и трубке *30* склянки *27* находятся на одном уровне. Записывают показания шкалы *26*, трубку *30* закрывают пробкой *32*. Краном *28* разобщают склянку *27* с атмосферой, поворотом крана *20* соединяют бюретку *24* с сосудом *18* и с помощью груши *31* газообразные продукты переводят 2—3 раза из бюретки *24* в поглотительный сосуд *18* и обратно. При переводе газа в бюретку *24* кран *28* уравнительной склянки ставят в положение сообщения с атмосферой. Записывают показания шкалы. Разность отсчетов до и после поглощения CO_2 указывает объем поглощенной двуокиси углерода. После измерения объема поглощенной двуокиси углерода с помощью крана *21* освобождают бюретку от газа, заполняют ее затворной жидкостью и проводят вторичное сжигание. Определение считают законченным, если при контрольном сжигании пробы разность отсчетов до и после поглощения CO_2 будет равна нулю. В конце каждого испытания производят замер температуры и атмосферного давления и по таблице, приложенной к прибору, находят поправку для условий, при которых проводилось определение углерода.

Определение содержания углерода в испытуемой сере производят так же, как в эталонном образце.

Содержание углерода в процентах (X_4) вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{V \cdot K}{G},$$

где:

V—объем углекислого газа, выраженный в процентах углерода;

K—поправки на температуру и давление;

G—навеска испытуемой серы в *г*.

Содержание органического вещества в процентах (X_5) вычисляют по формуле:

$$X_5 = X_4 \cdot 1{,}25,$$

где:

X_4—содержание углерода в %;

1,25—коэффициент пересчета углерода на органическое вещество.

15. Определение содержания мышьяка

а) *Применяемые аппаратура и материалы*

Спектрограф ИСП-28 (или ИСП-22, или ИСП-28).

Генератор дуги переменного тока ДГ-2 в дуговом режиме и режиме низковольтной искры.

Микрофотометр МФ-2 или МФ-4.

Электроды спектрально чистые угольные диаметром 6 *мм*. Верхние электроды заточены на конус, в нижних высверлен цилиндрический канал диаметром 3,8 *мм*, глубиной 5 *мм*. Электроды готовят на станке СЗУ-2. До проведения анализа угли испытывают на отсутствие в их спектрах линий мышьяка в условиях метода определения.

Тарелочка дозировочная из органического стекла для заполнения электродов пробой, представляющая собой пластину размером 24×70×8 *мм*, в которой фрезой сделано плоское углубление (глубина 6 *мм* и размер 16×16 *мм*).

Ступка металлическая хромированная диаметром 90 *мм*.

Конденсор кварцевый ($F=75$ *мм*), устанавливается на расстоянии 67 *мм* от источника и 316 *мм* от щели.

Фотопластинки спектрографические типа III чувствительностью 5,5 единицы по ГОСТ 10691—63 и спектрографические типа I чувствительностью 1 единица по ГОСТ 10691—63.

Приготовление раствора проявителя и фиксажа—по п. 14 настоящего стандарта.

Приготовление эталонов и подготовка пробы

Газовую серу с содержанием мышьяка 0,3—0,6% расплавляют и фильтруют под вакуумом через фильтр-тигель с пористой пластинкой ПС-4 (ГОСТ 9775—61). В полученном исходном эталоне мышьяк определяют химическим методом, повторяя определение 10 раз, и за истинное содержание мышьяка принимают среднее арифметическое 10 определений. Рабочие эталоны готовят методом последовательного разбавления, как указано в п. 14 настоящего стандарта.

Готовят эталоны мышьяка с содержанием: 0,6; 0,3; 0,1%; 0,03; 0,01; 0,003; 0,001; 0,0003 и 0,0001%.

Испытуемые пробы готовят, как указано в п. 14 настоящего стандарта.

б) *Проведение испытания*

Угольные электроды заполняют испытуемыми пробами и эталонами, как указано в п. 14 настоящего стандарта.

На одной фотопластинке снимают по 3 раза спектры испытуемой пробы и эталонов (не менее 3 эталонов). Для фотографирования трех спектров одной и той же пробы используют одну пару угольных электродов.

До проведения определения угли испытывают на отсутствие в их спектрах линий мышьяка. В случае наличия линий мышьяка электроды подвергают обжигу при силе тока 16 *а* в течение 20 *сек*.

Обработка спектрограммы и подсчет результатов анализа

Фотопластинку обрабатывают, как указано в п. 14 настоящего стандарта. Затем проводят фотометрирование спектральных линий, промеряя почернения линий мышьяка ($S_л + ф$) и фона ($S_ф$) у линии, и находят разность между ними: $\Delta S = S_л + ф - S_ф$. Аналитической линией мышьяка для интервала концентраций 0,0001—0,01% служит линия 2288,12; для интервала концентраций 0,01—0,1% линия—2349,84; для интервала концентраций 0,1—0,6% линия—2456,53. После этого находят среднее арифметическое ΔS для пробы и эталонов, строят градуировочные графики и находят содержание мышьяка в испытуемой пробе.

Условия съемки спектра мышьяка для интервала концентраций 0,0001—0,01%

Источник тока—генератор ДГ-2 в дуговом режиме.

Сила тока—16 *а* (положение переключателя реостата 20 *ом*, 20 *а*).

Экспозиция—10 *сек*.

Расстояние между электродами—2,5 *мм*.

Ширина щели—0,025 *мм*.

Освещение щели — с помощью кварцевого конденсора (F = =75 *мм*).

Фотопластинки—спектрографические типа III.

Условия съемки спектра мышьяка для интервала концентраций 0,01—0,6%

Источник тока—генератор ДГ-2 в режиме низковольтной искры.

Сила тока—5 *а* (положение переключателя реостата 80 *ом*, 10 *а*).

Экспозиция—15 *сек*.

Расстояние между электродами—2,5 *мм*.

Ширина щели—0,015 *мм*.

Освещение щели—с помощью однолинзового конденсора (F = =75 *мм*).

Фотопластинки—спектрографические типа I.

Примечание. Разрешается в газовой сере производить определение содержания мышьяка фотометрическим методом.

16. Определение остатка на сите. Около 20 *г* высушенной при температуре 70°С молотой серы взвешивают с точностью до 0,1 *г*, переносят на сито с размером сторон ячеек в свету 0,14 *мм*, под него помещают сито с размером сторон ячеек в свету 0,071 *мм*, а затем поддон и производят механический рассев в течение 20 *мин*.

По истечении 20 *мин* открывают крышку, раздавливают комочки серы на обоих ситах при помощи мягкой кисти и снимают серу с обратной стороны сит в следующее сито или поддон.

Рассев повторяют до тех пор, пока остаток на ситах не перестанет уменьшаться.

По окончании просева остаток переносят при помощи кисти во взвешенный стаканчик и взвешивают с точностью до 0,001 *г*.

Содержание остатка на сите в процентах (X_6) вычисляют по формуле:

$$X_6 = \frac{G \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска испытуемой серы в *г*;

G_1—вес остатка на сите в *г*.

Примечание. При отсутствии аппарата для механического рассева, последний производят вручную на тех же ситах, протирая серу на сите при помощи кисти (кисть № 18 из конского волоса).

III. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

17. Серу комовую, в чушках и чешуйчатую перевозят без упаковки в чистых крытых вагонах, а также автомобильным и водным транспортом. Разрешается с согласия потребителей такую серу перевозить в открытых вагонах.

Сера комовая высшего сорта, а также молотая, упакованная в бумажные мешки, должна перевозиться только в крытых вагонах. При перевозке автомобильным транспортом мешки с серой должны быть закрыты брезентом.

Разрешается перевозка серы в жидком виде в специальных цистернах грузоотправителя.

Перевозку серы водным и смешанным железнодорожно-водным транспортом производят по соглашению сторон.

18. Молотую серу упаковывают в шестислойные битумированные мешки.

Упаковка молотой серы для медицинской промышленности должна производиться в два, вложенных один в другой, четырех-пятислойных бумажных мешка с верхним битумированным слоем бумаги (ГОСТ 2226—62 и ГОСТ 2227—65).

Мешки последовательно зашивают на машине.

19. Серу высшего сорта и чешуйчатую серу всех сортов хранят в закрытых складах.

20. Молотую серу хранят в сухих крытых помещениях или на деревянных подмостках и защищают от атмосферных осадков.

Между мешками, а также между мешками и стенками складского помещения должно быть расстояние не меньше 0,5 *м*. Не

допускается установка мешков вблизи водопроводных и канализационных труб и отопительных приборов.

21. Каждая поставляемая партия серы должны сопровождаться документом, удостоверяющим ее качество и соответствие требованиям настоящего стандарта, отправляемым не позднее 5 суток со дня отгрузки.

Документ должен содержать:

а) наименование организации, в систему которой входит предприятие-поставщик;

б) наименование предприятия-поставщика, его местонахождение (город или условный адрес);

в) наименование продукта и сорт;

г) номер партии и количество мест в партии;

д) вес брутто и нетто;

е) дату отгрузки;

ж) результаты проведенных испытаний или подтверждение соответствия продукции требованиям настоящего стандарта;

з) номер настоящего стандарта.

Замена

ГОСТ 195—66 введен взамен ГОСТ 195—41.
ГОСТ 2227—65 введен взамен ГОСТ 2227—51.
ГОСТ 4161—67 введен взамен ГОСТ 4161—48.
ГОСТ 4166—66 введен взамен ГОСТ 4166—48.
ГОСТ 4171—66 введен взамен ГОСТ 4171—48.
ГОСТ 4215—66 введен взамен ГОСТ 4215—48.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕЛЕНА

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Селен металлический по ГОСТ 5455—50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, «х. ч.».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, «х. ч.», пл. 1,1885 *г/см*^{3} и разбавления 1 : 20.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 8314—57.

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, «ч. д. а», 20%-ный раствор.

Перекись водорода по ГОСТ 177—55.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, 0,02 н раствор.

Йод металлический по ГОСТ 4159—64, 0,02 н раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—65.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—40.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691—67.
Крахмал растворимый, 1%-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 1%-ный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Приготовление вспомогательных растворов.*

Эталонный раствор селена готовят следующим образом. 0,2 *г* селена взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в стакан вместимостью 100 *мл*, приливают 10 *мл* азотной кислоты, стакан прикрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане до полного растворения селена. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 *л* и добавляют водой до метки.

1 *мл* эталонного раствора должен содержать 0,0002 *г* селена.

Установка титра 0,02 н раствора тиосульфата натрия по селену

10 *мл* эталонного раствора селена помещают в стакан вместимостью 300 *мл*, приливают 10 *мл* соляной кислоты плотностью 1,1885 *г/см*^{3} и 3 капли азотной кислоты, добавляют 150 *мл* воды, 5 *г* мочевины и нагревают смесь до температуры 80° С. Оставляют в покое на 10 *мин*, охлаждают до комнатной температуры и прибавляют избыток 0,02 н раствора тиосульфата натрия (10 *мл*) и 2—3 *мл* крахмала. Избыток тиосульфата натрия оттитровывают 0,02 н раствором йода до синей окраски раствора.

Титр раствора тиосульфата натрия по селену (T) вычисляют по формуле:

$$T = \frac{0{,}002}{(V - V_1) \cdot K},$$

где,

0,002 — содержание селена в 10 *мл* эталонного раствора селена, взятых для титрования, в *г*;

V — объем 0,02 н раствора тиосульфата натрия, взятый для титрования, в *мл*;

V_1 — объем 0,02 н раствора йода, пошедший на обратное титрование, в *мл*;

K — коэффициент соотношения титров растворов тиосульфата натрия и йода.

Установка коэффициента соотношения растворов тиосульфата натрия и йода

Берут 10 *мл* 0,02 н раствора тиосульфата натрия, приливают 100 *мл* воды, 10 *мл* соляной кислоты плотностью 1,1885 *г/см*^{3}, 2—3 *мл* крахмала и титруют 0,02 н раствором йода до синей окраски раствора.

Коэффициент соотношения (K) вычисляют по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где V — объем 0,02 н раствора йода, пошедший на титрование, в *мл*.

в) *Проведение испытания.*

2—3 *г* серы взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в стакан вместимостью 200 *мл*, смачивают 2—3 *мл* этилового спирта, прибавляют 50 *мл* раствора едкого натра и нагревают до полного растворения серы. (Допускается производить разложение навески смесью азотной кислоты с бромом.)

Раствор охлаждают и медленно по каплям прибавляют из бюретки перекись водорода до его обесцвечивания. Затем прибавляют избыток перекиси водорода около 5 *мл* и смесь кипятят в течение 5 *мин*. Охлаждают раствор и вновь прибавляют 5 *мл* перекиси водорода. Операцию производят 4 раза, последний раз кипятят в течение 20 *мин* до полного разложения перекиси водорода.

К охлажденному раствору прибавляют воду в количестве примерно 50 *мл*, а затем нейтрализуют раствор соляной кислотой плотностью 1,1885 *г/см*^{3} в присутствии индикатора фенолфталеина.

В первый период прибавления кислоты раствор остается бесцветным, затем по мере нейтрализации раствор окрашивается в интенсивный фиолетовый цвет, а далее по мере прибавления кислоты окраска слабеет и, наконец, раствор становится бесцветным, что говорит о нейтральной среде. К нейтральному раствору прибавляют 10 *мл* соляной кислоты плотностью 1,1885 *г/см*^{3}. Раствор доводят водой до 150 *мл* (делают на стекле отметку восковым карандашом), прибавляют к нему 5 *г* мочевины и доводят раствор до кипения. Не охлаждая раствора, прибавляют 8 *г* йодида калия, при этом выделяется селен в элементарной форме и свободный йод. Раствор кипятят в течение 10 *мин*, затем охлаждают до комнатной температуры и отфильтровывают скоагулировавшийся селен через плотный бумажный фильтр с небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 20, до тех пор, пока не исчезнет синяя окраска фильтра, собирая вместе фильтрат и промывные воды.

Осадок селена вместе с фильтром переносят в стакан, в котором производилось выделение селена в осадок, прибавляют 10 *мл* соляной кислоты плотностью 1,1885 *г/см*^{3} и три капли азотной кислоты, нагревают смесь на водяной бане до полного растворения селена, поддерживая температуру 60—70° С.

К охлажденной смеси прибавляют 150 *мл* воды и 5 *г* мочевины, нагревают до температуры 80° С, оставляют в покое на 10 *мин*, охлаждают и прибавляют 10 *мл* 0,02 н раствора тиосульфата натрия. Избыток тиосульфата натрия оттитровывают 0,02 н раствором йода в присутствии 2—3 *мл* раствора крахмала до посинения раствора.

Содержание селена в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(10 - V \cdot K) \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,02 н раствора йода, пошедший на обратное титрование, в *мл*;

K — коэффициент соотношения растворов тиосульфата натрия и йода;

T — титр 0,02 н раствора тиосульфата натрия, установленный по селену;

G — навеска испытуемой серы в *г*.

г) *Определение серы, содержащей малые количества селена*

Берут 3 навески серы примерно по 2—2,5 *г* и производят разложение так, как описано выше. Затем производят окисление сульфидной серы с перекисью водорода и нейтрализуют соляной кислотой. После этого содержание всех трех стаканов количественно переносят в один стакан вместимостью 300 *мл* (общий объем жидкости не должен превышать 140 *мл*), добавляют 10 *мл* соляной кислоты и дальнейшее определение выполняют, как описано в подпункте *в*, причем титрование производят 0,01 н раствором тиосульфата натрия и таким же раствором йода, вводя соответствующую поправку в расчетную формулу.

Замена

ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 4159—64 введен взамен ГОСТ 4159—48.
ГОСТ 4160—65 введен взамен ГОСТ 4160—48.
ГОСТ 4203—65 введен взамен ГОСТ 4203—48.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4215—66 введен взамен ГОСТ 4215—48.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.
ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.
ГОСТ 4527—65 введен взамен ГОСТ 4527—48.
ГОСТ 6691—67 введен взамен ГОСТ 6691—53.
ГОСТ 10691—63 введен взамен ГОСТ 2817—50 в части кинопленок, фотопленок и фотопластинок.

gost.e-ecolog.ru