УДК 666.232.91:546.22.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Метод определения серы (общей)

Fluorite. Method for the determination of total sulphur content

ГОСТ 7619.7—81

Взамен ГОСТ 7619.7—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1195 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

снято ограничение срока действия 4-92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает титриметрический метод определения серы (общей) при массовой доле от 0,05 до 5 %.

Метод основан на сжигании навески в токе углекислоты при температуре 1200—1250 °С. Образовавшаяся двуокись серы выносится током углекислого газа в адсорбционный сосуд и поглощается в нем водой с образованием сернистой кислоты, которую оттитровывают раствором йода в присутствии индикатора — крахмала. Сжигание серы в атмосфере углекислоты происходит стехиометрически, что позволяет пользоваться теоретическим титром раствора йода.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 7619.0—81.

1.2. Достоверность получаемых результатов анализа контролируется путем одновременного проведения анализа на содержание серы в стандартном образце флюоритового концентрата № 1822—80 или ему подобного.

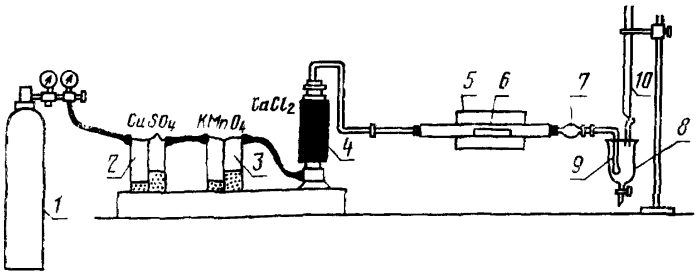
2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

установку для определения содержания серы (см. чертеж).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru



Установка состоит из следующих элементов: баллона с углекислотой *1*, снабженного редукционным вентилем для пуска и регулирования тока углекислого газа; склянки Тищенко *2*, содержащей 5 %-ный раствор сернокислой меди; склянки Тищенко *3*, содержащей 4%-ный раствор марганцевокислого калия в 30%-ном растворе едкого кали; сушильной колонки *4*, заполненной прокаленным хлористым кальцием; горизонтальной трубчатой печи *5* с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагревание до температуры (1300±20)°С; термопары платинородиевой с терморегулятором; трансформатора и амперметра для регулировки питания печи; огнеупорных муллитокремнеземистых трубок *6* длиной 650—750 мм с внутренним диаметром 20—22 мм. Перед применением трубки (новые) должны быть прокалены при рабочей температуре по всей длине. Трубки с обеих сторон закрывают хорошо подогнанными резиновыми пробками. В отверстия пробок вставляются стеклянные или латунные трубки. Для предотвращения обгорания резиновых пробок внутреннюю торцовую поверхность закрывают асбестовыми прокладками; грушеобразной трубки *7*, заполненной стекловатой, служащей для улавливания твердых частиц. Газообразные продукты сжигания через барбатер *9* поступают в поглотительный сосуд *8*. Барбатер должен быть изготовлен из оргстекла или фторопласта, быть разборным и состоять из двух частей. Для титрования используется бюретка *10* на 25 см^3;

лодочки муллитокремнеземистые, прокаленные при температуре 1000 °С;

крючок из жаропрочной проволоки;

калия гидроокись (кали едкое), раствор 300 г/дм^3;

алюминия окись безводную, хорошо промытую водой и прокаленную при температуре 1000 °С в течение 5 ч;

калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75, 4%-ный раствор в 30%-ном растворе едкого кали;

медь сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165—78, раствор 50 г/дм^3;

кальций хлористый плавленный по ГОСТ 4460—77;

стекловату, хорошо промытую водой и высушенную;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор; готовят следующим образом: 5 г растворимого крахмала растирают в ступке с 50 см³ холодной воды, вливают тонкой струйкой в колбу, где находится 700 см³ горячей воды. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, разбавляют холодной водой до 1000 см³;

титрованный раствор йода 0,05 и 0,01 н. готовят из фиксанала 0,1 н. соответствующим разбавлением. Растворы хранят в склянке из темного стекла. Раствор 0,01 н. йода готовят в день употребления. В случае длительного хранения титрованного раствора, титр его проверяют по стандартному образцу СО К-3 № 1822—80 состава флюоритового концентрата и рассчитывают по формуле

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

где C — массовая доля серы (общей) в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Перед началом работы нагревают печь до температуры 1250 °С. Для проверки правильности работы установки сжигают 2—3 навески стандартного образца флюорита по методике, приведенной в разд. 4. Скорость пропускания углекислого газа 90—100 пузырьков в минуту.

Если сера представлена в виде барита, то навеску анализируемого материала перед сжиганием смешивают в лодочке с двукратным количеством окиси алюминия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску плавикового шпата массой 0,5 г при массовой доле 0,5 % серы и массой 0,1 г при массовой доле свыше 0,5 % помещают в лодочку. В поглотительный сосуд заранее наливают 150—200 см³ воды, приливают 5 см³ крахмала и перемешивают током углекислоты. Лодочку с навеской вводят в фарфоровую трубку (со стороны подачи углекислого газа) при помощи крючка в наиболее разогретый участок трубки, тотчас закрывают трубку и пускают ток углекислого газа. Прокаливание продолжают 5 мин. Титруют раствором йода 0,01 н. или 0,05 н. соответственно навеске до устойчивой бледно-голубой окраски раствора.

Окончив титрование, крючком извлекают из печи лодочку, стараясь при этом не загрязнить фарфоровую трубку остатком навес-

ки. Затем в поглотительный сосуд, промытый водой, наливают новую порцию воды и крахмала.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр раствора йода по сере;

m — масса навески плавикового шпата, г.

5.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Массовая доля серы (общей), %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,1	0,01
Св. 0,1 » 0,3	0 02
» 0,3 » 0,5	0,04
» 0,5 » 1,5	0,1
» 1,5 » 5	0,15

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

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

Изменение № 1 ГОСТ 7619.7—81 Шпат плавиковый. Метод определения серы (общей)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.86 № 2180 срок введения установлен

с 01.01.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1769.

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.7—81)

По всему тексту стандарта заменить значения концентрации раствора йода: 0,05 н. на 0,025 моль/дм^3; 0,01 н. на 0,005 моль/дм^3; 0,1 н. на 0,05 моль/дм^3.

(ИУС № 10 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 7619.7—81 Шпат плавиковый. Метод определения серы (общей)

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2164

Дата введения 01.07.92

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Разность между результатами параллельных определений и результатами анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 62)

Массовая доля серы, %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 0,100 включ.	0,007	0,010
Св. 0,100 » 0,300 »	0,015	0,020
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,50 »	0,07	0,10
» 1,50 » 5,00 »	0,12	0,15

(ИУС № 4 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru