УДК 678.046.2:006.354 Группа Л61

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА РЕЗИНЫ

Метод определения общей серы

carbon black for rubber industry. Method for determination of total sulphur content

ГОСТ 25699.9—90

(СТ СЭВ 2129—89)

ОКСТУ 2166

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.95

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли общей серы в техническом углероде.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в сжигании пробы технического углерода в струе воздуха, улавливании образующихся сернистого и серного ангидридов раствором перекиси водорода с серной кислотой, титровании раствором щелочи в присутствии смешанного индикатора или раствором азотнокислого (хлорнокислого) бария в присутствии металлоиндикатора.

2. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 25699.1.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.

Милливольтметр Ш 4541 по ТУ 25—0432.057 в комплекте с термопарой ХА(К) с пределом измерения от 0 до 1100°С.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Печь электрическая трубчатая горизонтальная по ОСТ 16.0.801.397, длиной не менее 130 мм, внутренним диаметром не менее 20 мм, обеспечивающая температуру 900—1000°С.

Плитка электрическая с закрытой спиралью.

Ротаметр типа РМ по ГОСТ 13045 с верхним пределом измерения по воздуху 0,063 м³/ч и пределом допускаемой основной погрешности ±2,5% верхнего предела измерения.

gost.e-ecolog.ru

Трубка кварцевая длиной не менее 470 мм с кварцевым коленом со шлифом.

Шкаф сушильный электрический СЭШ-3М по ТУ 25.02.210718, отрегулированный на (105±2)°С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный твердым осушителем.

Бюретка 7—2—10; 1(2,3)—2—25; 4(5)—1—25 по ГОСТ 20292.

Капельница 1(2,3)—50 по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1—250—29/32; П-1—2000 и П-1—4000 по ГОСТ 25336.

Лодочка ЛЗ 3 (4) по ГОСТ 9147.

Пипетки 6(7)—1—5; 6(7)—1—10 по ГОСТ 20292.

Склянка СН-1—200(500) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—250 по ГОСТ 1770.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Барий азотнокислый по ГОСТ 3777, ч.д.а., раствор *с* [$^1/_2$ $Ba(NO_3)_2$)]=0,01 моль/дм^3.

Барий хлорнокислый по ТУ 6—09—3604, ч.д.а., раствор *с* [$^1/_2$ $Ba(ClO_4)_2$]=0,01 моль/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, ч.д.а., раствор с массовой долей не менее 29%.

Индикатор метиловый красный по ТУ 6—09—5169, спиртовой раствор с массовой долей 0,2%.

Индикатор метиленовый синий, спиртовой раствор с массовой долей 0,1%.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч.д.а., раствор с массовой долей 1%.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор *с* ($^1/_2$ H_2SO_4) = =0,01 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., растворы *с* (HCl)=0,1 и *с* (HCl)=0,02 моль/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 или по ГОСТ 18270, раствор *с* (CH_3COOH)=0,2 моль/дм^3.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, ч.д.а.

Металлоиндикаторы:

2,7-бис (4-нитро-2-сульфоазобензол)-1,8-дигидроксинафталин-3,6-дисульфокислота (нитхромазо), раствор с массовой долей 0,2%;

2-2-фенилкарбоксиазо)-7-(2-арсонофенилазо)-1,8-дигидроксинафталин-3,6-дисульфокислота, динатриевая соль (карбоксиарсеназо), раствор с массовой долей 0,3%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а., растворы *с* (NaOH)=0,02 моль/дм^3 и с массовой долей 40%.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, ч.д.а., раствор *с* (CH_3COONa)=0,2 моль/дм^3.

Калия гидрат окиси по ТУ 6—09—5398, ос.ч., с массовой долей 40%.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Воздух сжатый по ГОСТ 17433.
Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.
Шамот или силикагель технический по ГОСТ 3956, гранулированный мелкопористый.

Допускается применять аппаратуру с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивы, по качеству не ниже указанных в стандарте.

4. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4.1. Приготовление раствора гидроокиси натрия 0,02 моль/дм³, 2,40 г гидроокиси натрия растворяют в 3000 см³ дистиллированной воды. Полученный раствор перемешивают и выдерживают в течение 24 ч в темном месте, затем декантируют и используют для испытания верхний прозрачный слой.

Концентрацию раствора гидроокиси натрия определяют по точно приготовленному раствору соляной кислоты 0,02 моль/дм³.

Контроль концентрации раствора проводят не реже одного раза в 15 сут.

4.2. Приготовление растворов азотнокислого бария 0,01 моль/дм³ или хлорнокислого бария 0 01 моль/дм³.

2,6130 г азотнокислого бария растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды или 3,3640 г безводного хлорнокислого бария растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды.

Концентрацию растворов устанавливают по растворам серной кислоты или сернокислого магния, приготовленным из титрованных растворов.

4.3. Приготовление буферного раствора с pH 5,5—5,6

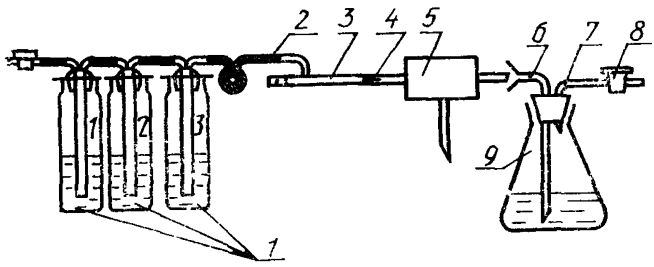
Смешивают 100 см³ раствора уксусной кислоты 0,2 моль/дм³ с 900 см³ раствора уксуснокислого натрия 0,2 моль/дм³.

4 4. Приготовление раствора смешанного индикатора

Смешивают равные объемы спиртовых растворов индикаторов метилового красного с массовой долей 0,2% и метиленового синего с массовой долей 0,1%.

4.5. Сборка установки

4.5.1. Для очистки воздуха (черт. 1) склянку *1* заполняют раствором гидроокиси натрия или калия с массовой долей 40%, склянку *2* — раствором марганцовокислого калия с массовой долей 1%, склянку *3* — гидроскопической ватой, соединяя их последовательно резиновой трубкой.

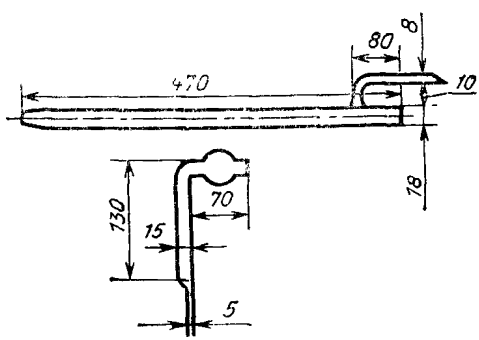


1—склянки Дрекселя; *2*—боковой отросток; *3*—кварцевая трубка со шлифом (черт. 2); *4*—фарфоровая лодочка; *5*—электрическая печь; *6*—кварцевое колено, *7*—отводная трубка к насосу; *8*—кран; *9*—приемник

Черт. 1

4 5.2. В приемник наливают 150 см³ дистиллированной воды, 5 см³ перекиси водорода и 7 см³ раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³. Приемник закрывают резиновой пробкой с кварцевыми коленами и отводной трубкой для присоединения к водоструйному насосу, кварцевое колено при помощи шлифа присоединяют к кварцевой трубке (черт. 2), которую устанавливают горизонтально в электрической печи. Другой конец кварцевой трубки закрывают пробкой и присоединяют к очистительной системе. Перед очистительной системой устанавливают ротаметр.

Кварцевая трубка с пришлифованным коленом для определения серы



Черт. 2

4.5.3. Перед проведением испытания собранную систему проверяют на герметичность. Для этого через всю систему пропускают воздух, закрывают кран на отводной трубке приемника и прекращают подачу воздуха. При этом пузырьки воздуха не должны появляться в приемнике и в очистительной системе.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1. 2—5 г технического углерода высушивают при (105±2)°С в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе до 20—26°С. Высушенный образец хранят в эксикаторе до начала испытания.

Пробу технического углерода массой 0,1000—0,5000 г равномерно распределяют по дну лодочки, засыпают шамотом или силикагелем и помещают в кварцевую трубку перед входом в печь, предварительно нагретую до 900—950°С. Трубку быстро закрывают пробкой и пропускают через систему воздух со скоростью 0,03 м/ч.

Затем проводят сжигание пробы технического углерода, медленно в течение 5—10 мин передвигая трубку с лодочкой в центральную часть печи, где ее выдерживают еще не менее 15 мин.

5.2. По окончании сжигания пробы технического углерода трубку с лодочкой медленно передвигают в обратном направлении до первоначального положения в течение 10—15 мин. Медленно отключают водоструйный насос, отсоединяют приемник, промывают кварцевое колено 25 см³ дистиллированной воды, сливая ее в приемник, и содержимое его титруют раствором гидроокиси натрия 0,02 моль/дм³ в присутствии 8 капель смешанного индикатора до перехода фиолетовой окраски раствора в ярко-зеленую.

5.3. Допускается упаривать полученный в приемнике раствор на электрической плитке до объема 5—10 см³, охлаждать его до 20—26°С и титровать растворами азотнокислого бария 0,01 моль/дм³ или хлорнокислого бария 0,01 моль/дм³ в присутствии одного из металлоиндикаторов нитхромазо или карбоксиарсеназо.

5.4. При использовании нитхромазо к упаренному раствору добавляют 15 см³ этилового спирта, 1 см³ раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм³, 1—2 капли нитхромазо и титруют раствором азотнокислого или хлорнокислого бария до перехода фиолетово-малиновой окраски раствора в неисчезающую голубую.

При использовании карбоксиарсеназо к упаренному раствору добавляют 10 см³ буферного раствора, 25 см³ ацетона, 2—3 капли карбоксиарсеназо и титруют раствором азотнокислого или хлорнокислого бария до перехода фиолетовой окраски раствора в сине-голубую.

Аналогично проводят контрольный опыт без пробы технического углерода.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю общей серы (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{0{,}00032 \cdot (V_1 - V_0)}{m} \cdot 100,$$

где 0,00032 — масса серы, стехиометрически соответствующая взаимодействию раствора серной кислоты с 1 см^3 раствора гидроокиси натрия 0,02 моль/дм^3 или раствора азотнокислого бария 0,01 моль/дм^3, или хлорнокислого бария 0,01 моль/дм^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия или азотнокислого (хлорнокислого) бария, израсходованный на титрование раствора в приемном устройстве после сжигания пробы технического углерода, см^3;

V_0 — объем раствора гидроокиси натрия или азотнокислого (хлорнокислого) бария, израсходованный на титрование раствора в приемнике в контрольном опыте, см^3;

m — масса пробы технического углерода, г.

6.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных одним исполнителем, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,1 %. Результат испытания записывают с точностью до первого десятичного знака.

Наибольшее среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности испытания равно ±0,14% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

При сопоставлении результатов испытаний в разных лабораториях результаты считаются достоверными, если допускаемое расхождение между ними не превышает 0,2 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

С. В. Орехов, канд. техн. наук; **П. И. Червяков,** канд. хим. наук; **Л. Г. Машиева; Н. А. Царева; Н. М. Богуславская**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.07.90 № 2301

3. Срок первой проверки — 1995 г., периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 2129—89 в части разд. 8

5. **ВЗАМЕН ГОСТ 25699.9—83**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 61—75	3
ГОСТ 199—78	3
ГОСТ 1770—74	3
ГОСТ 2603—79	3
ГОСТ 3118—77	3
ГОСТ 3777—76	3
ГОСТ 3956—76	3
ГОСТ 4204—77	3
ГОСТ 4328—77	3
ГОСТ 4523—77	3
ГОСТ 5556—81	3
ГОСТ 6709—72	3
ГОСТ 9147—80	3
ГОСТ 10929—76	3
ГОСТ 13045—81	3
ГОСТ 17433—80	3
ГОСТ 18270—72	3
ГОСТ 18300—87	3
ГОСТ 20292—74	3
ГОСТ 20490—75	3
ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 25699.1—90	2
ТУ 6—09—5398—88	3
ОСТ 16 0 801 397—87	3
[illegible] —78	3
[illegible] —86	3
ТУ 6—09—3604—74	3
ТУ 6—09—5169—84	3

gost.e-ecolog.ru