УДК 622.355.3 : 546.22.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МРАМОР

Метод определения содержания серы

Marble.
Method for the determination of sulphur

ГОСТ 23260.6—78

Взамен ГОСТ 4416—73 в части п. 4.10

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 августа 1978 г. № 2312 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на естественный мрамор в виде блоков, кусков, крошки, порошка и устанавливает нефелометрический метод определения содержания серы.

Метод основан на осаждении серы хлористым барием из раствора, полученного после сплавления мрамора с окислительной смесью, и нефелометрировании раствора (суспензии). В качестве стабилизатора суспензии применяют желатин.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения содержания серы — по ГОСТ 23260.0—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Нефелометр типа ФЭКН-57.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 950—1100°С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., 0,05 н. раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, раствор 100 г/л.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор, приготовленный следующим образом: 0,5 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 мл, приливают 40—50 мл воды и оставляют на 1 ч, периодически перемешивая. Затем

gost.e-ecolog.ru

стакан с содержимым помещают на водяную баню и растворяют желатин, перемешивая. Раствор доливают водой до объема 100 мл и вновь перемешивают.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/л.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—73.

Стандартный раствор серы, приготовленный следующим образом: в мерную колбу вместимостью 500 мл из бюретки отмеривают 12,5 мл 0,05 н. раствора серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора содержит 0,02 мг серы.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску мрамора массой 1 г помещают в платиновый тигель и ставят в нагретую до 200—300°С муфельную печь. Температуру в печи повышают до 950—1000°С и прокаливают навеску мрамора в течение 40 мин. Содержимое тигля охлаждают, прибавляют 5—7 г углекислого натрия, 0,1 г азотнокислого калия, перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 950—1000°С в течение 10 мин.

Плав охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300 мл, приливают 100 мл воды и содержимое кипятят в течение 15 мин. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента». Осадок на фильтре промывают 7—8 раз горячей водой. К фильтрату приливают 1 мл соляной кислоты и выпаривают до объема 50 мл. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 2 мл раствора хлористого бария, 3 мл раствора желатина, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 3—5 мин раствор переливают в кювету нефелометра с толщиной слоя 20 мм и измеряют интенсивность рассеивания света не менее трех раз, применяя светофильтр с областью светопропускания 520—540 нм. Из полученных отсчетов берут среднее значение. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По интенсивности рассеивания света анализируемого раствора устанавливают содержание серы по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают пипеткой 0, 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40 и 50 мл стандартного раствора серы, что соответствует 0; 0,02; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8 и 1,0 мг серы, приливают по 2 мл раствора хлористого бария, по 15—20 мл воды, по 3 мл раствора желатина и далее продолжают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который стандартный раствор серы не приливали.

По полученным средним значениям интенсивности рассеивания света и известным содержаниям серы строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — количество серы, найденное по градуировочному графику, мг;

m — масса навески мрамора, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,005%.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех последних параллельных определений.

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Г. В. Бобкова*

Сдано в наб. 05.09.78 Подп. в печ. 30.10.78 1,5 п. л. 1,35 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 5 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1240