УДК 666.32:546.22.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ

Методы определения содержания серы

Moulding clay. Methods for the determination of sulphur content

ГОСТ 3594.4—77

Взамен
ГОСТ 3594—62
в части разд. VII, п. 57

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27 декабря 1977 г. № 3068 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на комовые и молотые формовочные глины и устанавливает методы определения содержания серы.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам испытаний — по ГОСТ 3594.0—77.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ

Метод основан на разложении навески глины смесью азотной и соляной кислот (царской водкой) с последующим осаждением серы в виде сульфата бария и определении массы последнего при прокаливании при 850—900°С в пересчете на трехокись серы.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения испытания применяют:

весы аналитические;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000—1100°С;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80;

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—77, прокаленный при 700—800°С;

баню водяную;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Март 1982 г.

gost.e-ecolog.ru

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;
кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1;
барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 10%-ный раствор;
метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64;
серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 1%-ный раствор.

2.2. Проведение испытания

2.2.1. Навеску глины массой 1 г помещают в фарфоровую чашку, приливают 10 см³ азотной и 30 см³ соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха.

Остаток в чашке смачивают соляной кислотой и выпаривают до полного удаления запаха соляной кислоты и окислов азота. Затем приливают 10 см³ соляной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 10 мин. Приливают 70—80 см³ горячей воды и фильтруют через фильтр «белая лента» диаметром 9 см. Фильтр с осадком промывают 7—8 раз горячей водой.

2.2.2. К фильтрату добавляют 2—3 капли метилового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака, затем приливают соляную кислоту из расчета 0,5 см³ на каждые 100 см³ раствора, нагревают раствор до кипения, прибавляют 10 см³ кипящего 10%-ного раствора хлористого бария, кипятят в течение 5 мин и оставляют на 10—12 ч.

Осадок сернокислого бария отфильтровывают через плотный фильтр «синяя лента», промывают 13 раз горячей водой до удаления ионов хлора (реакция с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком переносят во взвешенный фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают при 850—900°С в течение 40 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до постоянной массы.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю общей серы (X) в процентах в пересчете на трехокись серы вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}343 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка сульфата бария, г;

m_2 — масса осадка сульфата бария в контрольном опыте, г;

0,343 — коэффициент пересчета сульфата бария на трехокись серы;

m — масса навески глины, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,15%.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное значение величины, определение повторяют.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последних определений.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТНОЙ СЕРЫ

Метод основан на разложении навески глины разбавленной соляной кислотой с последующим осаждением серы в виде сульфата бария и определения массы последнего при прокаливании при 850—900°С в пересчете на трехокись серы.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения испытания применяют аппаратуру, реактивы и растворы, указанные в п. 2.1.1, а также:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 10%-ный раствор и разбавленный 1 : 1, пергидроль по ГОСТ 10929—76;

колбу Эрленмейера вместимостью 250 см³.

3.2. Проведение испытания

3.2.1. Навеску глины массой 1—2 г помещают в колбу Эрленмейера вместимостью 250 см³, приливают 50—75 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты, закрывают колбу часовым стеклом и кипятят 30—40 мин. Кипение должно быть слабое, чтобы концентрация кислоты не изменилась.

Прибавляют 1—2 капли пергидроля для окисления окиси железа, нагревают раствор до кипения и приливают раствор аммиака (до появления слабого запаха) для осаждения гидроокисей. После осаждения гидроокисей приливают 3—4 см³ аммиака в избыток и оставляют на 15—20 мин. Гидроокиси отфильтровывают через плотный фильтр «синяя лента». Осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячей водой, к которой добавляют 3—4 см³ раствора аммиака.

Фильтрат нейтрализуют разбавленной 1 : 1 соляной кислотой в присутствии метилового оранжевого до изменения окраски раствора из желтой в красный цвет. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.2.2.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю сульфатной серы (X_1) в процентах в пересчете на трехокись серы вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_3 - m_4) \cdot 0{,}343 \cdot 100}{m},$$

где m_3 — масса осадка сульфата бария, г;

m_4 — масса осадка сульфата бария в контрольном опыте, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,15%.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное значение величины, определение повторяют.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последних определений.

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФИДНОЙ СЕРЫ

4.1. Массовую долю сульфидной серы (X_2) в процентах вычисляют по разности общей и сульфатной серы по формуле

$$X_2 = X - X_1,$$

где X — массовая доля общей серы (см. п. 2.3.1), %;
X_1 — массовая доля сульфатной серы (см. п. 3.3.1), %.

Изменение № 1 ГОСТ 3594.4—77 Глины формовочные. Методы определения содержания серы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.83 № 5590 срок введения установлен

с 01.03.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 4191.

Пункт 2.1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 25336—82; после слов «баню водяную» дополнить абзацами:

(Продолжение см. стр. 74)

«чашки выпарительные (фарфоровые) по ГОСТ 9147—80;
стекло часовое;
колбу Эрленмейера;
фильтр обеззоленный «синяя лента»;
фильтр обеззоленный «белая лента».

Пункт 2.3.2. Второй абзац дополнить словами: «на новых навесках».

Пункты 3.1.1, 3.2.1. Исключить слова: «вместимостью 250 $см^3$».

(ИУС № 2 1984 г.)

gost.e-ecolog.ru