

ГОСТ 30355.2—96
(ИСО 3425—75)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение золы при температуре 850—900 °С
и остатка при температуре 200 °С

Издание официальное

БЗ 4—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Институт горно-химической промышленности» (ОАО «Горхимпром» — Украина)

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ИСО 3425—75 «Сера техническая. Определение золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 25 февраля 1999 г. № 50 межгосударственный стандарт ГОСТ 30355.2—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

| | | |
|-----|---|---|
| 1 | Назначение и область применения | 1 |
| 2 | Определение золы при температуре 850—900 °С | 1 |
| 2 1 | Сущность метода | 1 |
| 2 2 | Аппаратура | 1 |
| 2 3 | Отбор и подготовка проб | 1 |
| 2 4 | Методика определения | 2 |
| 2 5 | Обработка результатов определения | 2 |
| 2 6 | Протокол определения | 2 |
| 3 | Определение остатка при температуре 200 °С | 2 |
| 3 1 | Сущность метода | 2 |
| 3 2 | Аппаратура | 2 |
| 3 3 | Отбор и подготовка проб | 3 |
| 3 4 | Методика определения | 3 |
| 3 5 | Обработка результатов определения | 3 |
| 3 6 | Протокол определения | 3 |
| | Приложение А Нормативные ссылки | 4 |

Введение

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 3425—75 (первое издание) «Сера техническая. Определение золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С» с дополнительными требованиями и изменениями, отражающими потребности экономики страны, а именно:

- предусмотрено применение стандарта для сертификации технической серы;
- приведены пределы использования метода;
- наименования единиц физических величин приведены в соответствие с требованиями ГОСТ 8.417;
- указаны конкретные наименования, типы и марки аппаратуры и реактивов (вместо приведенной допускается использовать другую аппаратуру, показатели качества которой соответствуют требованиям внедряемого стандарта);
- расширены требования и приведены пояснения для облегчения вычисления результатов анализа;
- приведена формула для определения массовой доли нелетучих при температуре 200 °С битумных соединений в технической сере;
- приведен перечень использованных при разработке стандарта нормативных документов.

Настоящий стандарт действует наравне с ГОСТ 127.2 и используется по согласованию между изготовителем и потребителем технической серы. Результаты анализов, полученные в соответствии с этими стандартами, сопоставимы в пределах погрешностей определений.

Технические отклонения в тексте напечатаны вразрядку, а дополнительные требования и изменения — полужирным курсивом.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СЕРА ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С

Sulphur for industrial use. Determination of ash at 850—900 °С and of residue at 200 °С

Дата введения 2000—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания (*массовой доли*) золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С в технической сере.

Методы применимы для технической серы, содержащей (*с массовой долей*) не менее 98 % элементарной серы (S), в пересчете на сухое вещество, т. е. продукта, высушенного в течение 2 ч при температуре 80 °С.

Методы применяются при массовых долях золы и остатка в технической сере более 0,005 %.

Примечание — Расхождение между содержанием (*массовой долей*) в процентах золы при температуре 850—900 °С и остатка при температуре 200 °С в пересчете на сухое вещество соответствует содержанию (*массовой доле*) «нелетучих битумных соединений» при температуре 200 °С.

Стандарт пригоден для целей сертификации.

2 Определение золы при температуре 850—900 °С

2.1 Сущность метода

Медленное сжигание на воздухе пробы высушенной серы.

Нагревание в печи при температуре 850—900 °С с последующим взвешиванием.

2.2 Аппаратура

Лабораторная аппаратура:

- сито с сеткой 2 И по ГОСТ 6613;

- весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104;

- набор гирь общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 7328 массой 210 г;

- шкаф сушильный типа СНОЛ, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (80±2) °С;

- эксикатор по ГОСТ 25336.

2.2.1 Фарфоровая чашка высокая по ГОСТ 9147.

2.2.2 Нагревательная плитка по ГОСТ 14919 или горелка Бунзена и огнеупорный треугольник.

2.2.3 Электрическая печь типа СНОЛ обеспечивающая устойчивую температуру нагрева 850—900 °С.

2.3 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 127.3.

Пробу для определения измельчают до размера частиц не более 2 мм, т. е. просеивают сквозь сито с сеткой 2 И по ГОСТ 6613, а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 80 °С в течение 2 ч.

2.4 Методика определения

2.4.1 Проба для определения

50 г анализируемой пробы (2.3) взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в чашку (2.2.1), предварительно прокаленную при температуре 850—900 °С, охлажденную в эксикаторе и взвешенную с точностью до 0,001 г.

2.4.2 Чашку с пробой (2.4.1) устанавливают на электрическую плитку (2.2.2) (или на огнеупорный треугольник над горелкой Бунзена) и слегка расплавляют серу. После этого расплавленную серу поджигают с помощью небольшого газового пламени (например, от горелки Бунзена). Нагревание регулируют так, чтобы сера медленно горела до полного сгорания (температура должна быть достаточной, чтобы полное сжигание серы длилось 3—4 ч).

Чашку с остатком от сжигания серы прокаливают в печи (2.2.3) при температуре 850—900 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г, затем ее опять помещают в печь и повторяют эту операцию до тех пор, пока расхождение между последовательными взвешиваниями будет меньше 0,005 г.

2.5 Обработка результатов определения

Содержание (массовую долю) золы X_1 в пересчете на сухое вещество, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса остатка после прокаливания, г;

m_0 — масса анализируемой пробы, г.

Результаты вычисляют с точностью до третьего десятичного знака.

Примечания

1 Массовую долю золы X_1 в пересчете на сухое вещество, %, допускается вычислять по формуле

$$X_1 = \frac{m_0 + \frac{m_4 - m_5}{100}}{m_0} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_0 — масса анализируемой пробы, г;

m_4 — масса чашки, г;

m_5 — масса чашки с остатком после прокаливания, г.

2 Как результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное допустимое расхождение между которыми не превышает 30 %.

Пределы допустимой относительной суммарной погрешности результата определения ± 15 %.

2.6 Протокол определения

Протокол определения должен включать следующие данные:

- ссылку на применяемый метод;
- результаты и применяемый метод их выражения;
- отклонения, замеченные во время определения;
- любую процедуру, не включенную в настоящий стандарт или считающуюся необязательной.

3 Определение остатка при температуре 200 °С

3.1 Сущность метода

Медленное выпаривание при температуре 200 °С в атмосфере азота летучих веществ и серы, содержащихся в пробе, с последующим взвешиванием остатка.

3.2 Аппаратура

Лабораторная аппаратура (2.2), за исключением (2.2.1—2.2.3), а также:

3.2.1 Посуда для сжигания площадью поверхности ~ 50 см² (например, фарфоровая лодочка для сжигания размером 80 × 60 мм; чашка или низкий тигель по ГОСТ 9147, чаша или низкий тигель по ГОСТ 19908 номинальной вместимостью 20 см³).

3.2.2 Электрическая печь типа СНОЛ, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева (200 ± 10) °С.

3.2.3 Баллон с азотом по ГОСТ 9293, снабженный редуктором.

3.2.4 Газопромыватель вместимостью 200 см³ (стеклянка для промывания газов номинальной вместимостью 200 см³ по ГОСТ 25336), на 3/4 заполненный серной кислотой плотностью $\rho = 1,84$ г/см³ по ГОСТ 4204.

3.3 Отбор и подготовка проб

См. 2.3.

3.4 Методика определения

3.4.1 Проба для определения

2 г пробы (3.3), взвешенной с точностью до 0,0002 г, помещают в предварительно высушенную при температуре 200 °С, охлажденную в эксикаторе и взвешенную с точностью до 0,0002 г посуду (3.2.1).

3.4.2 Определение

Печь (3.2.2), нагретую до температуры (200 ± 10) °С, заполняют азотом. Для этого на дне печи рядом с впускным отверстием должна быть смонтирована стеклянная трубка, соединенная резиновыми трубками с газопромывателем (3.2.4) и затем с редуктором баллона с азотом (3.2.3). Скорость подачи азота регулируют до 2—3 пузырьков в секунду.

Посуду с пробой (3.4.1) помещают в печь (3.2.2), нагретую до температуры (200 ± 10) °С, и прокаливают до постоянной массы. Для этого требуется около 10 ч.

Посуду вынимают из печи, охлаждают в эксикаторе в течение ~ 30 мин и взвешивают с точностью до 0,0002 г. Затем снова помещают посуду в печь и повторяют *через каждые* ~ 30 мин все операции до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет меньше 0,001 г.

3.5 Обработка результатов определения

Содержание (*массовую долю*) остатка после прокаливания при температуре 200 °С X_2 в пересчете на сухое вещество, % вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100, \quad (3)$$

где m_1 — масса остатка после прокаливания при температуре 200 °С, г;

m_2 — масса анализируемой пробы, г.

Примечания

1 Массовую долю остатка после прокаливания при температуре 200 °С X_2 в пересчете на сухое вещество, %, допускается вычислять по формуле

$$X_2 = \frac{m_2 + m_6 - m_7}{m_2} \cdot 100 \quad (4)$$

где m_2 — масса анализируемой пробы, г;

m_6 — масса посуды (3.2.1), г;

m_7 — масса посуды с остатком после прокаливания, г.

2 Результаты определений округляют до значащих цифр в соответствии с нормами, установленными стандартами или другим нормативным документом на техническую серу.

3 Как результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Относительное допускаемое расхождение между которыми не превышает 30 %.

Предела допускаемой относительной суммарной погрешности результата определения ± 15 %.

4 Массовую долю летучих при температуре 200 °С X_3 битумных соединений в пересчете на сухое вещество, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = X_1 \cdot X_2, \quad (5)$$

где X_1 — см. 2.5;

X_2 — см. 3.5.

3.6 Протокол определения

См. 2.6.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 8.417—81 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы физических величин*
ГОСТ 127.2—93 Сера техническая. Методы испытаний
ГОСТ 127.3—93 Сера техническая. Отбор и подготовка проб
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия
ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

УДК 661.21:543.822:006.354

МКС 71.040.40

Л19

ОКСТУ 2109

Ключевые слова: техническая сера, проба, содержание, массовая доля, зола, остаток

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 10.06.99. Подписано в печать 10.08.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,67.
Тираж 219 экз. С3278. Зак. 549.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102