

**Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96**

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°C.

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°C.

Плитка электрическая с закрытой спиралью.

Ротаметр типа РМ по ГОСТ 13045 с верхним пределом измерения по воздуху 0,063 м<sup>3</sup>/ч и пределом допускаемой основной погрешности  $\pm 2,5\%$  верхнего предела измерения.

Грубка кварцевая длиной не менее 470 мм с кварцевым колесом со шлифом.

Шкаф сушильный электрический СЭШ-3М по ТУ 25.02.210718, отрегулированный на  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

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  $[1/2 \text{Ba}(\text{NO}_3)_2] = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>.

Барий хлорнокислый по ТУ 6—09—3604, ч.д.а., раствор с  $[1/2 \text{Ba}(\text{ClO}_4)_2] = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>.

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  $(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., растворы с  $(\text{HCl}) = 0,1$  и с  $(\text{HCl}) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 или по ГОСТ 18270, раствор с  $(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup>.

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

Металлоиндикаторы:

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

2-2-фенилкарбоксиязо)-7-(2-арсонофенилазо)-1,8-дигидрокси-нафталин-3,6-дисульфокислота, динатриевая соль (карбоксиярсеназо), раствор с массовой долей 0,3%.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, ч.д.а., растворы с  $(\text{NaOH}) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup> и с массовой долей 40%.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, ч.д.а., раствор с  $(\text{CH}_3\text{COONa}) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup>.

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

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/дм<sup>3</sup>,  $2,40$  г гидроокиси натрия растворяют в  $3000$  см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

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

4.2. Приготовление растворов азотнокислого бария  $0,01$  моль/дм<sup>3</sup> или хлорнокислого бария  $0,01$  моль/дм<sup>3</sup>.

$2,6130$  г азотнокислого бария растворяют в  $1000$  см<sup>3</sup> дистиллированной воды или  $3,3640$  г безводного хлорнокислого бария растворяют в  $1000$  см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

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

4.3. Приготовление буферного раствора с рН  $5,5-5,6$

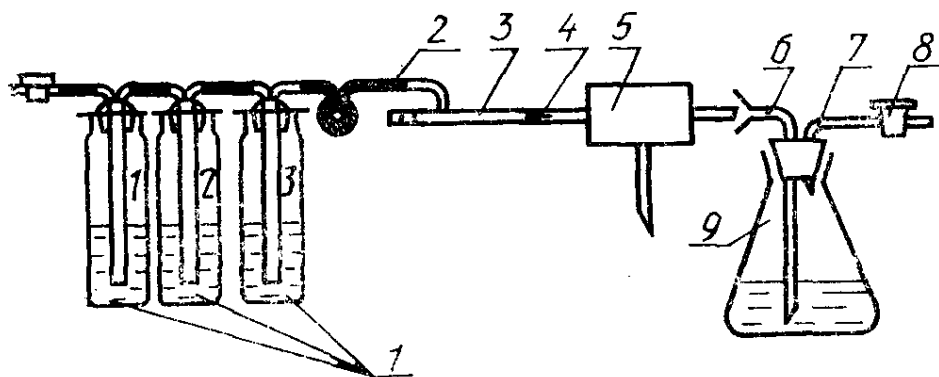
Смешивают  $100$  см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты  $0,2$  моль/дм<sup>3</sup> с  $900$  см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия  $0,2$  моль/дм<sup>3</sup>.

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 — гигроскопической ватой, соединяя их последовательно резиновой трубкой.

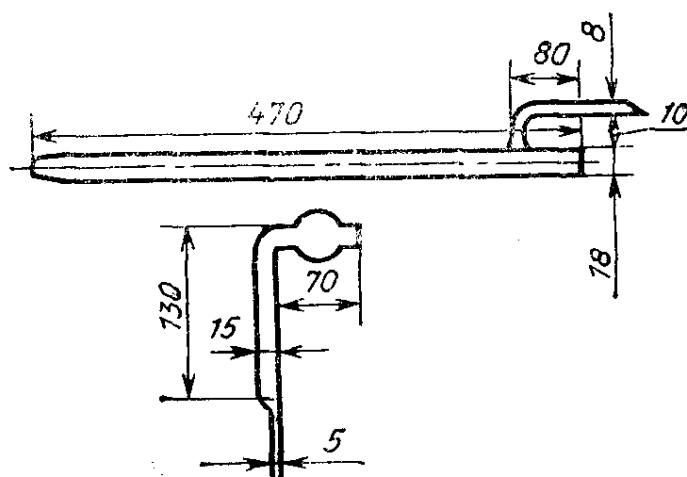


1—склянки Дрекслея; 2—боковой отросток; 3—кварцевая трубка со шлифом (черт. 2); 4—фарфоровая лодочка; 5—электрическая печь; 6—кварцевое колено; 7—отводная трубка к насосу; 8—кран; 9—приемник

Черт. 1

4.5.2. В приемник наливают 150 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> перекиси водорода и 7 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>. 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

веряют 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  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе до  $20\text{—}26^\circ\text{C}$ . 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  $900\text{—}950^\circ\text{C}$ . 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  $25\text{ см}^3$  дистиллированной воды, сливая ее в приемник, и содержимое его титруют раствором гидроокиси натрия  $0,02\text{ моль/дм}^3$  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  $5\text{—}10\text{ см}^3$ , охлаждать его до  $20\text{—}26^\circ\text{C}$  и титровать растворами азотнокислого бария  $0,01\text{ моль/дм}^3$  или хлорнокислого бария  $0,01\text{ моль/дм}^3$  в присутствии одного из металлоиндикаторов нитхромазо или карбоксиарсеназо.

5.4. При использовании нитхромазо к упаренному раствору добавляют  $15\text{ см}^3$  этилового спирта,  $1\text{ см}^3$  раствора соляной кислоты  $0,1\text{ моль/дм}^3$ , 1—2 капли нитхромазо и титруют раствором азотнокислого или хлорнокислого бария до перехода фиолетово-малиновой окраски раствора в исчезающую голубую.

При использовании карбоксиарсеназо к упаренному раствору добавляют  $10\text{ см}^3$  буферного раствора,  $25\text{ см}^3$  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<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия 0,02 моль/дм<sup>3</sup> или раствора азотнокислого бария 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, или хлорнокислого бария 0,01 моль/дм<sup>3</sup>;

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

$V_0$  — объем раствора гидроокиси натрия или азотнокислого (хлорнокислого) бария, израсходованный на титрование раствора в приемнике в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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  $\pm 0,14\%$  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. Машнева; 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
ТУ 25.02.210718—78	3
ТУ 25—0432.057—86	3
ТУ 6—09—3604—74	3
ТУ 6—09—5169—84	3