

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Метод определения серы (общей)

Fluorite. Method for the determination
of total sulphur contentГОСТ
7619.7—81Взамен
ГОСТ 7619.7—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1195 срок действия установлен

*срока ограничена сроком действия с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.*

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавленый шпат и устанавливает титриметрический метод определения серы (общей) при массовой доле от 0,05 до 5 %.

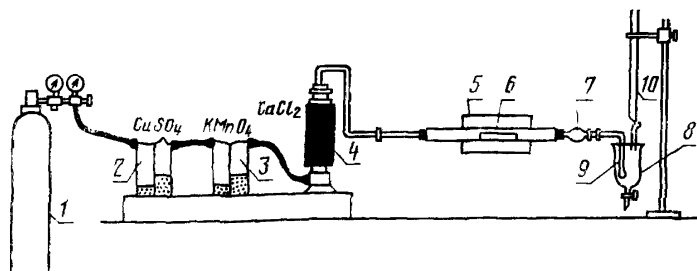
Метод основан на сжигании навески в токе углекислоты при температуре 1200—1250 °С. Образовавшаяся двуокись серы выносятся током углекислого газа в адсорбционный сосуд и поглощается в нем водой с образованием сернистой кислоты, которую оттитровывают раствором йода в присутствии индикатора — крахмала. Сжигание серы в атмосфере углекислоты происходит стехиометрически, что позволяет пользоваться теоретическим титром раствора йода.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 7619.0—81.
- 1.2. Достоверность получаемых результатов анализа контролируется путем одновременного проведения анализа на содержание серы в стандартном образце флюоритового концентрата № 1822—80 или ему подобного.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

- 2.1. Для проведения анализа применяют:
установку для определения содержания серы (см. чертеж).



Установка состоит из следующих элементов: баллона с углекислотой 1, снабженного редукционным вентилем для пуска и регулирования тока углекислого газа; склянки Тищенко 2, содержащей 5 %-ный раствор сернокислой меди; склянки Тищенко 3, содержащей 4 %-ный раствор марганцевокислого калия в 30 %-ном растворе едкого кали; сушильной колонки 4, заполненной прокаленным хлористым кальцием; горизонтальной трубчатой печи 5 с силитовыми нагревателями, обеспечивающими нагревание до температуры $(1300 \pm 20)^\circ\text{C}$; термопары платинородиевой с терморегулятором; трансформатора и амперметра для регулировки питания печи; огнеупорных муллиткремнеземистых трубок 6 длиной 650—750 мм с внутренним диаметром 20—22 мм. Перед применением трубки (новые) должны быть прокалены при рабочей температуре по всей длине. Трубки с обеих сторон закрывают хорошо подогнанными резиновыми пробками. В отверстия пробок вставляются стеклянные или латунные трубки. Для предотвращения обгорания резиновых пробок внутреннюю торцовую поверхность закрывают асбестовыми прокладками; грушеобразной трубки 7, заполненной стекловатой, служащей для улавливания твердых частиц. Газообразные продукты сжигания через барбатер 9 поступают в поглощительный сосуд 8. Барбатер должен быть изготовлен из оргстекла или фторопласта, быть разборным и состоять из двух частей. Для титрования используется бюретка 10 на 25 см³;

лодочки муллиткремнеземистые, прокаленные при температуре 1000 °С;

крючок из жаропрочной проволоки;

калия гидроокись (кали едкое), раствор 300 г/дм³;

алюминия окись безводную, хорошо промытую водой и прокаленную при температуре 1000 °С в течение 5 ч;

калий марганцевокислый по ГОСТ 20490—75, 4 %-ный раствор в 30 %-ном растворе едкого кали;

медь сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165—78, раствор 50 г/дм³;

кальций хлористый плавленный по ГОСТ 4460—77;

стекловату, хорошо промытую водой и высушенную;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор; готовят следующим образом: 5 г растворимого крахмала растирают в ступке с 50 см³ холодной воды, вливают тонкой струйкой в колбу, где находится 700 см³ горячей воды. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, разбавляют холодной водой до 1000 см³;

титрованный раствор йода 0,05 и 0,01 н. готовят из фиксанала 0,1 н. соответствующим разбавлением. Растворы хранят в склянке из темного стекла. Раствор 0,01 н. йода готовят в день употребления. В случае длительного хранения титрованного раствора, титр его проверяют по стандартному образцу СО К-3 № 1822—80 состава флюоритового концентрата и рассчитывают по формуле

$$T = \frac{C \cdot m}{V \cdot 100},$$

где C — массовая доля серы (общей) в стандартном образце, % ;
 m — масса навески стандартного образца, г;
 V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Перед началом работы нагревают печь до температуры 1250 °С. Для проверки правильности работы установки сжигают 2—3 навески стандартного образца флюорита по методике, приведенной в разд. 4. Скорость пропускания углекислого газа 90—100 пузырьков в минуту.

Если сера представлена в виде барита, то навеску анализируемого материала перед сжиганием смешивают в лодочке с двукратным количеством окиси алюминия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску плавикового шпата массой 0,5 г при массовой доле 0,5 % серы и массой 0,1 г при массовой доле свыше 0,5 % помещают в лодочку. В поглотительный сосуд заранее наливают 150—200 см³ воды, приливают 5 см³ крахмала и перемешивают током углекислоты. Лодочку с навеской вводят в фарфоровую трубку (со стороны подачи углекислого газа) при помощи крючка в наиболее разогретый участок трубки, тотчас закрывают трубку и пускают ток углекислого газа. Прокаливание продолжают 5 мин. Титруют раствором йода 0,01 н. или 0,05 н. соответственно навеске до устойчивой бледно-голубой окраски раствора.

Окончив титрование, крючком извлекают из печи лодочку, стараясь при этом не загрязнить фарфоровую трубку остатком навес-

ки. Затем в поглотительный сосуд, промытый водой, наливают новую порцию воды и крахмала.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;
 T — титр раствора йода по сере;

m — масса навески плавикового шпата, г.

5.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Массовая доля серы (общей), %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,1	0,01
Св. 0,1 » 0,3	0,02
» 0,3 » 0,5	0,04
» 0,5 » 1,5	0,1
» 1,5 » 5	0,15

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Изменение № 1 ГОСТ 7619.7—81 Шпат плавиковый. Метод определения серы (общей)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.86 № 2180 срок введения установлен

с 01.01.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1769.

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.7—81)

По всему тексту стандарта заменить значения концентрации раствора йода: 0,05 н. на 0,025 моль/дм³; 0,01 н. на 0,005 моль/дм³; 0,1 н. на 0,05 моль/дм³.

(ИУС № 10 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 7619.7—81 Шпат плавиковый. Метод определения серы (общей)

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2164

Дата введения 01.07.92

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Разность между результатами параллельных определений и результатами анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.7—81)

Массовая доля серы, %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 0,100 включ.	0,007	0,010
Св. 0,100 > 0,300 >	0,015	0,020
> 0,30 > 0,50 >	0,03	0,04
> 0,50 > 1,50 >	0,07	0,10
> 1,50 > 5,00 >	0,12	0,15

(ИУС № 4 1992 г.)