

Изменение № 2 ГОСТ 4339—74 Кокс. Ускоренный метод определения содержания общей серы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 07.05.84 № 1581 срок введения установлен

с 01.10.84

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Под наименование стандарта проставить код: ОКСТУ 0309.

По всему тексту стандарта заменить слова и единицу измерения: «содержание общей серы» и «содержание серы» на «массовую долю общей серы», мл на см³.

Вводная часть. Заменить слова: «объемном определении» на «титриметрическом определении»;

дополнить абзацами: «Метод применим в интервале значений массовой доли общей серы от 0,2 % до 2,0 %

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО МС 351—75».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения испытания применяют следующую аппаратуру и реактивы:

печь трубчатую горизонтальную с электрическим обогревом и терморегулятором или с селитовыми нагревателями, обеспечивающую температуру нагрева до 1300 °С;

термопреобразователь типа ТПП по ГОСТ 6616—74;

милливольтметр по ГОСТ 9736—80 или потенциометр с градуировкой шкалы от 0 до 1300 °С или от 0 до 1600 °С;

вакуум-насос лабораторный, баллон с кислородом, общую систему для нагнетания воздуха или другие приспособления для нагнетания;

трубку кварцевую или фарфоровую с внутренним диаметром 18—24 мм и длиной не более 1000 мм;

лодочки фарфоровые № 1 или 2 по ГОСТ 9147—80 (слой навески кокса должен быть не более 0,1 г/см²); допускается применять кварцевые лодочки;

реометр стеклянный лабораторный по ГОСТ 9932—75 для измерения скорости подачи воздуха или кислорода;

склянки типов СН-1, СН-2, СВГ и СПЖ по ГОСТ 25336—82;

пипетки исполнения 2 и 6 по ГОСТ 20292—74;

бюретки исполнения 2 и 7 по ГОСТ 20292—74;

колбы Кн исполнения 1 или 2 вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336—82;

плитку электрическую;

эквиватор по ГОСТ 25336—82 с серной кислотой по ГОСТ 4204—77, или гранулированным хлористым кальцием по ГОСТ 450—77;

весы лабораторные общего назначения с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г;

капельницу;

крючок из нихромовой проволоки или толкатель магнитный кварцевый (черт. 1);

трубки стеклянные и резиновые для соединения аппаратуры, пробки резиновые;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 177—77, водный раствор с массовой долей 3 %;

калия гидрат окиси (кали едкое) или натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а. водный раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/л и водный раствор с массовой долей 10 %;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, щелочной раствор с массовой долей 5 % (готовят растворением навески КМnO₄ в растворе КОН или NaOH с массовой долей 10 %);

нормаль кокса, приготовленная по п. 3.3 настоящего стандарта;

индикатор-смесь спиртового раствора метилового красного по ГОСТ 5853—51 с массовой долей 0,2 % со спиртовым раствором метиленового синего с массовой долей 0,1 % в соотношении 1:1».

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «В коническую колбу или склянку наливают 100 см³ дистиллированной воды и 3 см³ раствора перекиси водорода с массовой долей 3 %»;

второй абзац. Заменить слово: «количеством» на «объемом»;

третий абзац изложить в новой редакции: «В очистительные склянки наливают на 2/3 объема щелочного раствора $KMnO_4$ с массовой долей 5 %»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Все соединения аппаратуры должны быть тщательно пригнаны и установка проверена на герметичность. Для этого устанавливают скорость тока кислорода один пузырек в секунду. На свободный отросток склянки (в конце поглотительной системы) надевают резиновую трубку, закрывают ее стеклянной палочкой и следят за тем, чтобы через 1—2 мин прекратилось поступление кислорода. Если за это время поступление кислорода не прекратится, систему испытывают по частям. Для этого отсоединяют отдельные аппараты установки один за другим и каждый раз надевают на свободный отросток склянки резиновую трубку, закрытую стеклянной палочкой. Обнаруженные неплотности устраняют и все поглотительные аппараты соединяют в одну систему и вновь проверяют на герметичность. При проведении испытаний проверку установки на герметичность периодически повторяют».

Пункт 3.3.3. Заменить слово: «количество» на «массовая доля».

Пункт 4.1. Третий абзац. Исключить слово: «Дрекселя».

Пункт 5.1. Заменить слово: «количество» на «объем».

Пункт 5.4 изложить в новой редакции: «5.4. Результаты каждого из параллельных определений вычисляют со случайной погрешностью не более 0,001 % и округляют до 0,01 %».

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,05 %».

(ИУС № 8 1984 г.)