

**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°C 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°C;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80;

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

кальций хлористый плавленный по ГОСТ 4460—77, прокаленный при 700—800°C;

баню водяную;

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 азотнокислородное 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 см<sup>3</sup> азотной и 30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 10 мин. Приливают 70—80 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> на каждые 100 см<sup>3</sup> раствора, нагревают раствор до кипения, прибавляют 10 см<sup>3</sup> 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°C 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 трюхокись 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 трюхокись 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°C 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 см<sup>3</sup>.

#### 3.2. Проведение испытания

3.2.1. Навеску глины массой 1—2 г помещают в колбу Эрленмейера вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50—75 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 3594.4—77)*

«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: «емкостью 250 см<sup>3</sup>».

(ИУС № 2 1984 г.)