УДК 622.349.3-15:546.22.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения серы

Raremetallic concentrates
Method for the determination of sulphur

ГОСТ 25702.11—83*

Взамен ГОСТ 22939.3—78

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3362 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает йодометрический метод определения серы (при массовой доле от 0,02 до 0,15 %) в ниобиевом (пирохлоровом) и рутиловом концентратах.

Метод основан на прокаливании концентрата в токе кислорода при 1250—1300 °С, поглощении образующегося сернистого газа **водой, окислении сернистой кислоты в серную титрованием** раствора йода в присутствии индикатора — крахмала.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения содержания серы (см. чертеж).

Лодочки фарфоровые № 2 по ГОСТ 9147—80. Перед применением лодочки прокаливают в токе кислорода в течение 5 мин при 1300 °С.

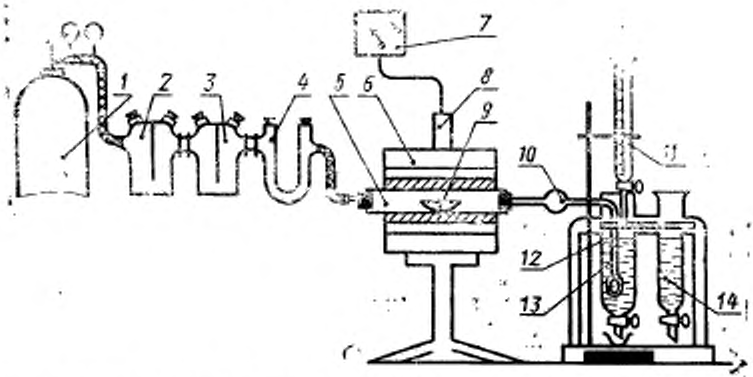
Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)*

gost.e-ecolog.ru

Трубка фарфоровая длиной 650—750 мм с внутренним диаметром 18—20 мм. Концы трубки, выступающие снаружи из печи, должны быть не менее 170—180 мм. Новая трубка перед применением должна быть прокалена по всей длине при рабочей температуре. Трубку с обеих сторон закрывают подогнанными резиновыми пробками. В отверстия пробок вставляют стеклянные трубки.

Установка для определения содержания серы



1—баллон с кислородом, снабженный редукционным вентилем; *2*—промывная склянка, содержащая 4 %-ный раствор марганцовокислого калия в 40 %-ном растворе едкого калия; *3*—склянка с концентрированной серной кислотой; *4*—*U*-образная трубка, заполненная в первой половине (по ходу кислорода) натронной известью, во второй — гранулированным хлористым кальцием; *5*—фарфоровая неглазурованная трубка с внутренним диаметром 18—20 мм; *6*—электрическая печь, *7*—гальванометр; *8*—термопара платина-платинородиевая; *9* фарфоровая лодочка; *10*—пылеуловитель, наполненный стеклянной ватой; *11*—микробюретка вместимостью 5 см³, *12*—поглотительный сосуд с запорным клапаном; *13*—барбатер; *14*—сосуд для контрольного раствора.

Печь электрическая горизонтальная типа ТК-30—300М, обеспечивающая температуру нагрева 1300 °С, снабженная терморегулятором.

Кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583—78.

Крючок из жаропрочной стали.

Шпатель.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Известь натронная.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Кальций хлористый.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, прокаленная в токе кислорода при 1250 °С.

Йод, раствор с молярной концентрацией эквивалента, равной 0,005 моль/дм³, свежеприготовленный (в реакции окисления серы) готовят из фисанала «стандартттитр», 0,1 н (основной раствор), разбавлением основного раствора в 20 раз. Растворы хранят **в склянках из темного стекла.**

Титр раствора йода устанавливают в условиях проведения **анализа по стандартным образцам, близким по составу и содержанию** серы к анализируемому концентрату.

Титр раствора йода с молярной концентрацией эквивалента, равной 0,005 моль/дм³, выраженный в г/см³ серы, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески стандартного образца, г;

n — массовая доля серы в стандартном образце, %;

V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ (свежеприготовленный); готовят следующим образом: 2 г крахмала тщательно растирают в фарфоровой ступке с 50 см³ холодной воды, полученную суспензию медленно вливают в стакан, содержащий 150 см³ кипящей воды, приливают 2—3 капли соляной кислоты, кипятят 2 мин, охлаждают и фильтруют.

Раствор поглотительный (йодокрахмальный), приготовленный следующим образом: к 1500 см³ воды приливают 50 см³ раствора крахмала, перемешивают и приливают раствор йода до окрашивания раствора в бледно-голубой цвет.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Установку собирают по схеме (см. чертеж).

Перед проведением анализа все соединения установки прове-

ряют на герметичность при рабочей температуре. Для контроля правильности работы установки допускается применение стандартного образца, близкого по содержанию серы к анализируемой пробе.

Перед прокаливанием навески в обе половины поглотительного сосуда наливают на $^2/_3$ объема йодокрахмального раствора. Пропускают ток кислорода со скоростью 3—5 пузырьков в секунду через растворы в обеих половинках абсорбционного сосуда и уравнивают окраски растворов путем прибавления раствора йода до появления слабо-голубого цвета.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 0,5—1 г помещают в прокаленную лодочку, прибавляют 0,5 г двуокиси кремния и содержимое лодочки осторожно перемешивают шпателем. Лодочку с навеской при помощи крючка из жаропрочной стали помещают в центр фарфоровой трубки, нагретой до 1250—1300 °С, и трубку быстро закрывают пробкой со стеклянной трубкой, соединяя таким образом трубку с кислородным баллоном, и пропускают ток кислорода со скоростью 3—5 пузырьков в секунду. Когда поступающий из печи в поглотительный сосуд сернистый газ начинает обесцвечивать раствор, приливают из бюретки по каплям раствор йода, отрегулировав скорость так, чтобы жидкость в поглотительном сосуде все время оставалась первоначального бледно-голубого цвета.

Титрование считают законченным, когда интенсивность окраски раствора в поглотительном сосуде и окраска контрольного раствора продолжает оставаться одинаковой в течение 3 мин.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю серы (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

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

где T — титр раствора йода, выраженный в г/см³ серы;

V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

5.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение, %
0,020	0,003
0,050	0,006
0,100	0,011
0,150	0,015

5.1; 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru