ГОСТ 14657.8—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения общей серы

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.8—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.8—78

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения общей серы

Bauxite. Methods for determination of total sulphur content

Дата введения 1999—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает гравиметрический и турбидиметрический методы определения общей серы при массовой доле серы от 0,1 % до 6 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4108—72 Барий хлорид 2-водный. Технические условия
ГОСТ 4109—79 Бром. Технические условия
ГОСТ 4145—74 Калий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5712—78 Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 20490—75 Калий марганцевокислый. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Гравиметрический метод

Метод основан на окислительном разложении пробы спеканием со смесью карбоната натрия и перманганата калия или сплавлением с гидроксидом натрия и пероксидом натрия, или разложением смесью кислот с окислением несульфатной серы до сульфат-ионов, осаждении сульфатов в виде сульфата бария и определении его массы.

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли фарфоровые с крышками.
Тигли никелевые, железные или стеклоуглеродные вместимостью 45 $см^3$.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 1:200.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Смесь соляной и азотной кислот 3:1, свежеприготовленная.
Водорода пероксид по ГОСТ 10929.
Бром по ГОСТ 4109, насыщенный раствор.
Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Издание официальное

Натрия пероксид.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор с массовой долей 1 %.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490.

Смесь углекислого натрия и марганцевокислого калия 1:1 (для разложения).

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, раствор с массовой долей 10 %.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1 %.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 При анализе «твердых» бокситов (содержащих диаспор) пробу разлагают одним из способов, приведенных в 4.2.1.1 и 4.2.1.2.

4.2.1.1 В фарфоровый тигель помещают 5 г смеси для разложения, добавляют пробу массой 1 г, тщательно перемешивают и на поверхность насыпают еще 2 г смеси для разложения. Тигель накрывают крышкой, оставляя небольшой зазор, и помещают в холодную электрическую печь, которую постепенно нагревают до температуры 800 °С и выдерживают при этой температуре 30 мин. Затем тигель вынимают из печи, охлаждают, помещают вместе с крышкой в стакан вместимостью 400 см^3, содержащей 150 см^3 горячей воды, и нагревают до полного выщелачивания спека. Затем тигель с крышкой вынимают из раствора и ополаскивают горячей водой над стаканом. К раствору добавляют 5—6 см^3 раствора пероксида водорода и содержимое стакана нагревают на песчаной бане 30 мин.

Горячий раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» с добавлением фильтро-бумажной массы в стакан вместимостью 400 см^3. Осадок промывают четыре-пять раз горячим раствором углекислого натрия, затем пять-шесть раз горячей водой до объема 200 см^3.

4.2.1.2 10 г гидроксида натрия расплавляют в никелевом, железном или стеклоуглеродном тигле. После охлаждения на поверхность плава помещают навеску пробы массой 2,5 г и насыпают на нее 5 г пероксида натрия. Тигель накрывают крышкой с небольшим зазором, помещают в холодную электропечь, которую затем постепенно нагревают до температуры 800 °С, выдерживают при этой температуре до тех пор, пока плав не станет прозрачным, и затем еще 5—6 мин. После извлечения из печи и охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 600 см^3, содержащий 250 см^3 воды, накрывают часовым стеклом и осторожно нагревают до растворения плава. Затем часовое стекло и тигель с крышкой ополаскивают горячей водой над стаканом. К раствору добавляют 5 см^3 раствора щавелевокислого аммония. Полученный мутный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Примерно 250 см^3 раствора фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухой стакан. Первые порции фильтрата отбрасывают. Пипеткой отбирают аликвотную часть фильтрата объемом 200 см^3 и помещают в стакан вместимостью 400 см^3. Добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого, нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 до перехода окраски раствора в розовую, затем добавляют еще 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и выпаривают досуха. После охлаждения к остатку добавляют 2—3 см^3 соляной кислоты; 100 см^3 горячей воды, нагревают до температуры 90 °С и выдерживают при этой температуре до растворения солей. Горячий раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 400 см^3, затем осадок промывают три раза горячим раствором соляной кислоты 1:200, затем пять-шесть раз горячей водой до объема 200 см^3.

4.2.2 При анализе «мягких» бокситов (содержащих бемит и гиббсит) пробу массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3. Добавляют 25—30 см^3 смеси кислот (при необходимости охлаждают), стакан накрывают часовым стеклом и на 2 ч оставляют при комнатной температуре. Затем часовое стекло обмывают небольшим количеством воды, собирая воду в стакан, и раствор осторожно выпаривают досуха. Добавляют 5—6 см^3 бромной воды. После охлаждения к остатку добавляют 5 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают досуха. К охлажденному остатку добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, 100 см^3 горячей воды, нагревают до температуры 90 °С и выдерживают при этой температуре до растворения солей. К горячему раствору добавляют 5 см^3 раствора щавелевокислого аммония и столько же раствора аммиака, чтобы гидроксиды полностью осадились (до появления слабого запаха аммиака). Стакан накрывают часовым стеклом и раствор выдерживают при температуре 90 °С 2—3 мин. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 600 см^3, остаток промывают горячей водой три-пять раз.

Основную массу осадка с фильтра смывают горячей водой в исходный стакан вместимостью 400 см^3. Фильтр промывают 10—15 см^3 горячего раствора соляной кислоты 1:1, затем семь-девять раз горячей водой, собирая промывные воды в стакан вместимостью 400 см^3. Полученный раствор

нагревают до растворения осадка, затем охлаждение повторяют раствором аммиака. Раствор с осадком фильтруют через тот же фильтр в стакан вместимостью 600 см³ с фильтратом, осадок семь-девять раз промывают горячей водой. Объединенный фильтрат и промывные воды в стакане вместимостью 600 см³ выпаривают до объема 200 см³.

4.2.3 К фильтрату, полученному согласно 4.2.1.1, 4.2.1.2 и 4.2.2, добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого, раствор нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 или раствором аммиака, добавляют 4 см³ раствора соляной кислоты 1:1, кипятят, добавляют 20 см³ горячего раствора хлористого бария, перемешивают и слегка кипятят 3—5 мин. Стакан накрывают часовым стеклом, раствор нагревают, не доводя до кипения, 1 ч и выдерживают при комнатной температуре 12 ч. Раствор над отстоявшимся осадком отфильтровывают через фильтр «синяя лента». Осадок в стакане промывают три раза декантацией теплой водой, затем переносят его на фильтр и продолжают промывание осадка до отсутствия реакции промывных вод на ионы хлора с раствором азотнокислого серебра. Осадок с фильтром помещают на 15—20 мин в предварительно прокаленный при температуре 800 °С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, осторожно высушивают, озоляют и прокаливают в электропечи при температуре (800±20) °С 30—40 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Общую массовую долю серы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 0{,}1374}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля,г;

m_2 — масса тигля с осадком,г;

0,1374 — коэффициент пересчета сульфата бария на серу;

m — масса пробы или масса пробы в аликвотной части фильтрата.

Общая массовая доля серы в боксите, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,05
Св. 0,30 » 1,0 »	0,05	0,07
» 1,0 » 2,0 »	0,1	0,2
» 2,0 » 6,0 »	0,2	0,3

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака при массовой доле серы до 1,0 %, и рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака при массовой доле серы свыше 1,0 %.

4.3.3 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

5 Турбидиметрический метод

Метод основан на окислительном разложении пробы боксита, при котором сера переходит в шестивалентное состояние, и измерении степени помутнения раствора, образующегося при добавлении хлорида бария.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектрический абсорбциометр-нефелометр.

Потенциометр самопишущий.

pH-метр.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 см³.

Чашки из стеклоуглерода вместимостью 150 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 0,1 моль/дм³.

Калия гидроксид и раствор с массовой долей 20 %.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Раствор фона (для приготовления раствора фона применяют бокситы с минимальной массовой долей серы, например стандартный образец боксита СБ-2 (№ 730—75 по Госреестру):

навеску стандартного образца боксита СБ-2 массой 1 г помещают в тигель из стеклоуглерода, добавляют 7 г гидроксида калия и 0,2 г азотнокислого калия и далее разложение боксита проводят, как указано в 5.2.2.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

Стандартный раствор серы:

0,5437 г сернокислого калия, предварительно прокаленного при температуре 400—500 °С, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 0,0001 г серы.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 Навеску боксита массой 1 г помещают в тигель из стеклоуглерода, добавляют 7 г гидроксида калия и 0,2 г азотнокислого калия. Содержимое тигля перемешивают и сплавляют в муфеле при температуре 500 °С 20 мин. После охлаждения в тигель наливают 25 см^3 воды и плав выщелачивают при нагревании. Содержимое тигля переливают в стакан, содержащий 50 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и 150 см^3 (содержимое стакана нагрето до кипения).

Тщательно смывают стенки тигля водой, раствор присоединяют к основному раствору в стакане. В случае попадания плава на бортики тигля, его верхнюю часть погружают в стакан до растворения плава, как находящегося на верхней части тигля. Тигель вновь обмывают водой из промывалки, присоединяя смывные воды к основному раствору. Наливают в тигель 2—3 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и выдерживают при нагревании в течение нескольких минут, чтобы полностью растворить остатки плава, осевшего на стенках тигля. Содержимое тигля вновь переводят в стакан. Раствор перемешивают и нагревают до полного растворения осадка.

Содержимое стакана охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 2—25 см^3 в стакан вместимостью 150 см^3, разбавляют водой до 70 см^3, добавляют несколько капель пероксида водорода и нагревают раствор для восстановления хромат-ионов. Избыток пероксида водорода удаляют кипячением. Раствор охлаждают и устанавливают pH раствора, равное 1,2, с помощью растворов гидроксида калия и соляной кислоты, контролируя pH с помощью pH-метра.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки 0,1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты и перемешивают.

Затем раствор переливают в кювету, которую устанавливают в ячейку нефелометра. Устанавливают светофильтр с максимумом светопропускания 450 нм и при непрерывном перемешивании с помощью магнитной мешалки приливают из бюретки 10 см^3 раствора хлорида бария.

Изменение оптической плотности раствора по мере выпадания осадка сернокислого бария фиксируют на ленте самопишущего потенциометра, подключенного к нефелометру.

На кривой осаждения определяют величину изменения оптической плотности и по градуировочному графику находят массу серы.

5.2.2 Одновременно проводят контрольный опыт.

Для этого 7 г гидроксида калия и 0,2 г азотнокислого калия помещают в тигле из стеклоуглерода в муфельную печь на 1—2 мин только до расплавления смеси. Выщелачивание плава проводят, как указано в 5.2.1. Раствор плава переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3.

Отбирают 2—25 см^3 раствора контрольного опыта в стакан вместимостью 150 см^3, добавляют затем 1 см^3 стандартного раствора серы, разбавляют водой до 70 см^3, устанавливают pH раствора, равное 1,2, и далее анализ проводят, как указано в 5.2.1.

Одновременно с проведением контрольного опыта отбирают 1 см^3 стандартного раствора серы в стакан вместимостью 150 см^3, разбавляют водой до 70 см^3, устанавливают pH раствора, равное 1,2, и проводят анализ, как указано в 5.2.1.

Результат контрольного опыта определяют по разности оптических плотностей раствора контрольного опыта и стандартного раствора серы.

5.2.3 *Построение градуировочного графика*

Для каждой аликвотной части раствора пробы производят построение градуировочного графика.

В шесть стаканов вместимостью по 150 см^3 каждый отбирают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора серы, что соответствует 0; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г серы. Во все колбы добавляют по 2—25 см^3 раствора-фона.

Устанавливают значение pH растворов во всех стаканах и далее анализ проводят, как указано в 5.2.1.

Из оптической плотности растворов, содержащих стандартный раствор серы, вычитают опти-

ческую плотность раствора без раствора серы, и по полученным значениям оптической плотности и известным массам серы строят градуировочный график.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Общую массовую долю серы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V}{m \cdot V_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса серы в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса серы в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

5.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа — по 4.3.3.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытания, общая сера

gost.e-ecolog.ru