МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДОВ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15 : 543.06 : 006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## Методы определения оксидов кальция и магния

Zinc concentrates.
Methods for the determination of calcium oxide and magnesium oxide

ОКСТУ 1709

**ГОСТ 14048.15—80***
**Взамен ГОСТ 14048.15—71**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена**

**01.07.81**

**Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает титриметрический метод определения оксида кальция и гравиметрический — оксида магия от 0,2 до 5 %.

Метод определения оксида кальция основан на осаждении кальция в виде оксалата с последующим титрованием оксалат-ионов перманганатом калия. В фильтрате от оксалата кальция осаждают магний в виде фосфата магния-аммония и после прокаливания взвешивают. Мешающие определению элементы (свинец, цинк, медь, железо, марганец и др.) предварительно осаждают тиоацетамидом.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по методикам настоящего стандарта и ГОСТ 14048.11—80 или аттестованным методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

## 1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используют реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак, фтористый аммоний, тиоацетамид, азотнокислый аммоний, пероксид водорода. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;
- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, сероводорода, фторида кремния, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

## 2. РЕАКТИВЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 5 : 100.
Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 2 : 100.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.
Тиоацетамид, 2 %-ный раствор.
Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор.
Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74, 10 %-ный раствор.
Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.
Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 5 %-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 1 %-ный раствор, подкисленный азотной кислотой.
Жидкость промывная; готовят следующим образом: 2 г хлористого аммония растворяют в 100 см³ воды, приливают 20 см³ аммиака, 10 см³ раствора тиоацетамида, доливают до 1000 см³ водой и перемешивают.
Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 1 %-ный раствор.
Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 0,5000—1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают 1—2 см³ воды, прибавляют 0,5—1 г фтористого аммония, 20 см³ соляной кислоты и растворяют при слабом нагревании в течение 10—15 мин. Затем приливают 5 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание, упаривая раствор досуха. Приливают 20 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают 1—2 мин, добавляют 100 см³ горячей воды и кипятят 3—5 мин до полного растворения растворимых хлоридов.

Раствор охлаждают до 60—70 °С, нейтрализуют аммиаком до начала выпадения осадка гидроксида железа и приливают 3 см³ в избыток (pH 8—8,5). Прибавляют 2—3 г хлористого аммония, нагревают до кипения, приливают 15—20 см³ раствора тиоацетамида и вновь нагревают до кипения. Раствор с осадком сульфидов оставляют в течение 1 ч при 80—90 °С. Для лучшей коагуляции осадка в раствор добавляют немного беззольной фильтробумажной массы.

Осадок отфильтровывают через плотный фильтр (синяя лента) и промывают 7—8 раз промывной жидкостью. Фильтрат кипятят 20—30 мин до удаления запаха аммиака, добавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 8—10 капель пероксида водорода и вновь кипятят 15—20 мин до полной коагуляции серы. Осадок серы отфильтровывают через фильтр средней плотности (белая лента) и промывают 7—8 раз горячей водой.

3.2. Для определения массовой доли оксида кальция раствор подогревают почти до кипения (90—95 °С), прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого, 2 г щавелевокислого аммония и перемешивают до полного растворения соли. Раствор осторожно, по каплям, нейтрализуют аммиаком при непрерывном перемешивании до изменения окраски в желтый цвет и приливают 1,5—2 см³ в избыток.

Раствор нагревают до кипения и оставляют на 50—60 мин при 80—90 °С. Выпавший осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают через фильтр средней плотности (белая лента), уплотненный беззольной фильтробумажной массой. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 600 см³. Осадок и колбу промывают 8—10 раз небольшими порциями горячей воды до объема фильтрата примерно 300 см³. Фильтрат (I) сохраняют для определения массовой доли оксида магния.

Воронку с осадком оксалата кальция переносят на колбу и продолжают отмывать осадок от щавелевокислого аммония горячей водой еще 7—8 раз.

В колбу, в которой проводилось осаждение кальция, приливают 100 см³ разбавленной серной кислоты, нагревают до кипения, опускают фильтр с осадком щавелевокислого кальция и титруют освободившиеся при этом оксалат-ионы 0,1 н. раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей розовой окраски раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с реактивами для внесения в результаты анализа кальция и магния соответствующей поправки.

3.3. Для определения массовой доли оксида магния в фильтрат (I) приливают соляную кислоту до бледно-розовой окраски раствора, 10—20 см³ раствора фосфорнокислого аммония, затем медленно, при перемешивании, добавляют аммиак в количестве, равном 1/3 части объема всего раствора. Раствор энергично перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником до выпадения осадка фосфата магния-аммония и оставляют на 12 ч.

Осадок отфильтровывают через плотный фильтр (синяя лента), уплотненный беззольной фильтробумажной массой, и промывают 2 %-ным раствором аммиака до отрицательной реакции на хлор-ионы (проба с азотнокислым серебром). Осадок вместе с фильтром переносят в фарфоровый тигель, сушат, озоляют при 300 °С и прокаливают при 900—1000 °С в течение 30 мин. Для ускорения озоления фильтр перед сушкой смачивают 3—5 каплями раствора азотнокислого аммония. Осадок пирофосфата магния охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

3.1—3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида кальция ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

где $T$ — титр 0,1 н. раствора марганцовокислого калия по оксиду кальция, равный 0,00280 г/см³;

$V$ — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

$m$ — масса навески концентрата, г.

4.2. Массовую долю оксида магния ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 0{,}3621 \cdot 100}{m},$$

где $m_1$ — масса осадка пирофосфата магния, г;

0,3621 — коэффициент пересчета пирофосфата магния на оксид магния;

$m$ — масса навески концентрата, г.

4.3. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

| Массовая доля оксидов кальция и магния, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|---|---|---|
| От 0,2 до 0,6 включ. | 0,1 | 0,2 |
| Св. 0,6 » 2,0 » | 0,2 | 0,3 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,3 | 0,4 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 28.04.99. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. .0,40
Тираж 121 экз. С 2708. Зак. 1032.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru