УДК 622.349.21 : 546.22.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Гравиметрический метод определения общей серы

Bauxite. Gravimetric method for the determination of total sulphur content

ГОСТ 14657.8—83

(СТ СЭВ 3907—82)

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.07.84
до 01.01.94

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения содержания серы в боксите при общей массовой доле от 0,1 до 6%.

Метод основан на спекании пробы со смесью углекислого натрия и марганцевокислого калия или сплавления с гидроокисью натрия или разложения ее смесью кислот, окислении несульфатной серы до сульфат-ионов, осаждении всех сульфатов в виде сернокислого бария и определении его массы.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3907—82.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14567.0—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Тигли фарфоровые с крышками № 4.

Тигли никелевые или железные вместимостью 45 см^3 по нормативно-технической документации.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 800°С.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», «синяя лента».

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Эксикатор по ГОСТ 25336—82, заполненный осушителем.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:200.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Бром по ГОСТ 4109—79, насыщенный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Натрия перекись.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и раствор с массовой долей 1%.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, раствор с массовой долей 10%.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей 10%.

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

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При анализе «твердых» бокситов (содержащих диаспор) пробу разлагают одним из способов, приведенных в пп. 3.1.1, 1.1.2.

3.1.1. 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 в течение 30 мин. Затем тигель вынимают из печи, охлаждают, помещают вместе с крышкой в стакан вместимостью 400 см^3, содержащий 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 перекиси водорода и содержимое стакана нагревают на песчаной бане в течение 30 мин.

Горячий раствор фильтруют через фильтр «белая лента» 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2. 10 г гидроокиси натрия расплавляют в никелевом или же-

лезном тигле. После охлаждения на поверхность плава помещают навеску пробы массой 2,5 г и насыпают на нее 5 г перекиси 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 в течение 5—6 мин. После извлечения из печи и охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 600 см³, содержащий 250 см³ 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 см³ раствора щавелевокислого аммония. Полученный мутный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Примерно 250 см³ раствора фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухой стакан. Первые порции фильтрата отбрасывают. Пипеткой отбирают аликвотную часть фильтрата объемом 200 см³ и помещают в стакан вместимостью 400 см³. Добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого, нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 до перехода окраски раствора в розовую, затем добавляют еще 5 см³ раствора соляной кислоты 1:1 в избыток и выпаривают досуха. После охлаждения к остатку добавляют 2—3 см³ соляной кислоты, 100 см³ 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 см³, затем осадок промывают три раза горячим раствором соляной кислоты 1:200, затем пять-шесть раз горячей водой до объема 200 см³.

3.2. При анализе «мягких» бокситов (содержащих бемит и гиббсит) пробу массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³. Добавляют 25—30 см³ смеси кислот (при необходимости охлаждают), стакан накрывают часовым стеклом и в течение 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 см³ бромной воды. После охлаждения к остатку добавляют 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. К охлажденному остатку добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, 100 см³ горячей воды, нагревают до температуры 90°С и выдерживают при этой температуре до растворения солей. К горячему раствору добавляют 5 см³ раствора щавелевокислого аммония и столько же раствора аммиака, чтобы гидроокиси полностью осадились (до появления слабого запаха аммиака). Стакан накрывают часовым стеклом и раствор выдерживают при температуре 90°С в течение 2—3 мин. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 600 см³, остаток промывают три—пять раз горячей водой. Основ-

ную массу осадка с фильтра смывают горячей водой в исходный стакан вместимостью 400 см³. Фильтр промывают 10—15 см³ горячего раствора соляной кислоты 1:1, затем семь—девять раз горячей водой, собирая промывные воды в стакан вместимостью 400 см³. Полученный раствор нагревают до растворения осадка, затем осаждение 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.

3.3. К фильтрату, полученному согласно п. 3.1.1, 3.1.2 или 3.2, 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 в течение 3—5 мин. Стакан накрывают часовым стеклом, раствор нагревают, не доводя до кипения, в течение 1 ч и выдерживают при комнатной температуре в течение 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 в предварительно прокаленный при температуре 800°С в течение 15—20 мин, охлажденный в эксикаторе и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, осторожно высушивают, озоляют и прокаливают в электропечи при температуре (800±20)°С в течение 30—40 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Общую массовую долю серы (X) в процентах 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 сернокислого бария на серу;

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

4.2. Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля серы в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. В. Барановский, И. М. Козловская, Р. Н. Насырова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1983 г. № 4938**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3907—82**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14657.8—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 1277—75	2	ГОСТ 5712—78	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 4108—72	2	ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 4109—79	2	ГОСТ 24104—80	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 25336—82	2

6. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2904**

7. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru