МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32599.1 — 2013 (ISO 4689: 1986)

Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ

Гравиметрический метод с применением сульфата бария

(ISO 4689:1986, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») и Техническим комитетом по стандартизации ТК 378 «Руды железные, марганцевые и хромовые» на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 27 декабря 2013 г. № 63-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 декабря 2013 г. № 2419-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32599.1-2013 (ISO 4689:1986) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 4689-1986 Iron ores – Determination of sulfur content –Barium sulfate gravimetric method (Руды железные. Определение содержания серы. Гравиметрический метод с применением сульфата бария)

Перевод с английского языка (*en*).

Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту путем внесения дополнительных разделов, что обусловлено применением гравиметрических методов определения серы с использованием различных способов разложения навески (спекание, сплавление) в межгосударственной практике и путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которых подготовлен настоящий межгосударственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие модифицированные межгосударственные стандарты.

Информация о замене ссылок приведена в приложении ДА.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 23581.20–81 (СТ СЭВ 1227-78) в части раздела 5.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст этих изменений и поправок - в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет.

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ

Гравиметрический метод с применением сульфата бария

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets
Determination of sulfur content – Barium sulfate gravimetric method

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды железные, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает гравиметрический метод определения серы с применением сульфата бария при массовой доле от 0,05 % до 5 % и экстракционно-гравиметрический метод с применением сульфата бария при массовой доле от 0,01 % до 1 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019–79[1)] *Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

ГОСТ 12.2.003–91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.049–80 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.3.002–75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277–75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2713–74 Соль бертолетова техническая. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4108–72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217–77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4221–76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

[1)] *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

ГОСТ 15054–80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги

ГОСТ 6563–75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10484–78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10929–76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20490–75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 24104–2001[1)] *Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27067–86 (СТ СЭВ 222–85) Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 29169–81 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 32520-2013 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 32279-2013 (ISO 2596:2006) Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения гигроскопической влаги

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по *[1]*[2)].

4 Общие требования

4.1 Требования безопасности:

- к воздуху рабочей зоны – по *ГОСТ 12.1.005*;
- электробезопасности – по *ГОСТ 12.1.019*;
- оборудованию производственному (общие требования) – по *ГОСТ 12.2.003*;
- оборудованию производственному (эргономические требования) – по *ГОСТ 12.2.049*;
- производственным процессам – по *ГОСТ 12.3.002*;
- пожарной безопасности – по *ГОСТ 12.1.004*;
- вентиляционным системам – по *ГОСТ 12.4.021*.

4.2 Требования к квалификации исполнителей

К выполнению анализов и (или) обработке результатов допускаются лица прошедшие профессиональную подготовку, владеющие техникой количественного химического анализа и основами его метрологического обеспечения.

5 Сущность метода

Метод основан на спекании навески со смесью углекислого натрия и марганцовокислого калия или сплавлении со смесью карбонатов и последующим осаждением сульфат-иона в слабосолянокислой среде раствором хлористого бария в виде сернокислого бария.

Экстракционно – гравиметрический метод основан на разложение навески в смеси азотной и соляной кислот в присутствии хлората калия, отделением основной части железа из раствора экстракцией с метил изобутил кетоном и последующим осаждением из водной фазы сульфат-иона в слабосолянокислой среде раствором хлористого бария в виде сернокислого бария.

---

1) *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53288—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»*

2) *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52361 - 2005 «Контроль объекта аналитический. Термины и определения»*

6 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

Для проведения анализа применяют:

- дистилляторы, обеспечивающие получение дистиллированной воды по *ГОСТ 6709*;
- электроплиты, обеспечивающие температуру нагрева до 250 °С;
- печь электрическую муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 1100 °С;
- эксикатор по *ГОСТ 25336*;
- весы лабораторные по *ГОСТ 24104* [высокого (II) класса точности] обеспечивающие погрешность взвешивания не более ± 0,0002 г;
- стаканы лабораторные стеклянные по *ГОСТ 25336* вместимостью 300, 400 и 500 $см^3$;
- пипетки с одной меткой по *ГОСТ 29169, 2* класса точности, исполнения 2 , вместимостью 5,10 и 20 $см^3$;
- колбы мерные по *ГОСТ 1770*, 2 класса точности вместимостью 100 и 1000 $см^3$;
- тигли платиновые по *ГОСТ 6563*;
- тигельные щипцы с наконечниками из платины по *ГОСТ 6563*;
- тигли фарфоровые высокие № 3 или № 4 по *ГОСТ 9147*;
- тигли никелевые или железные;
- кальций хлористый по *ГОСТ 450*, прокаленный при температуре от 700 °С до 800 °С для заполнения эксикатора;
- кислоту азотную по *ГОСТ 4461*;
- кислоту серную по *ГОСТ 4204*, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по *ГОСТ 3118* и разбавленную 1:1, 2:1, 2:100;
- кислоту фтористоводородную по *ГОСТ 10484*;
- серебро азотнокислое по *ГОСТ 1277*, раствор с массовой концентрацией 20 $г/дм^3$;
- калий азотнокислый по *ГОСТ 4217*;
- натрий углекислый безводный по *ГОСТ 83* и раствор с массовой концентрацией 6 $г/дм^3$;
- калий марганцовокислый по *ГОСТ 20490*;
- смесь для спекания;
- калий углекислый безводный по *ГОСТ 4221*;
- смесь для сплавления;
- натрия пероксид (Na_2O_2) по [2];
- водорода пероксид по *ГОСТ 10929*;
- калия хлорат (соль бертолетова) по *ГОСТ 2713*;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой концентрацией 100 $г/дм^3$
- метил изобутил кетон по *[3]*
- смесь соляной кислот и азотной 4:1;
- барий хлористый по *ГОСТ 4108*, раствор с массовой концентрацией 100 $г/дм^3$;
- фильтры обеззоленные по *[4]* средней плотности;
- спирт этиловый ректификованный технический по *ГОСТ 18300*;
- раствор промывной жидкости;
- цинк гранулированный по *[5];*
- метиловый оранжевый по *[6];*

Примечание – Допускается применение других средств измерения, оборудования и реактивов, обеспечивающих проведение анализа с установленной погрешностью.

7 Подготовка к проведению анализа

7.1 Отбор и подготовка проб – *по ГОСТ 15054.*

7.2 Смесь для спекания: растирают в ступке углекислый натрий и марганцовокислый калий в соотношении 1:1;

7.3 Смесь для сплавления: 106 г углекислого натрия и 138 г углекислого калия растирают в фарфоровой ступке до гомогенизации;

7.4 Раствор промывной жидкости, приготовленный следующим образом:
10 $см^3$ раствора хлористого бария и 20 $см^3$ соляной кислоты разбавляют до 1 $дм^3$ водой;

7.5. Метиловый оранжевый, спиртовой раствор: 0,025 г индикатора растворяют в 250 $см^3$ 60 %-ного спирта.

8 Проведение анализа

8.1 Масса навески железной руды, концентрата, агломерата или окатыша, количество смеси для спекания и/или сплавления,в зависимости от массовой доли серы указаны в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Масса навесок проб и количество смеси для спекания (сплавления)

Массовая доля серы, %	Масса навески, г	Количество смеси для спекания, г	Количество смеси для сплавления, г
От 0,05 до 0,1 вкл.	3	7 (5+2)	10 (5+5)
Св. 0,1 » 0,2 »	2		
» 0,2 » 1 »	1		
» 1 » 5 »	0,5	3 (2+1)	5 (3+2)

Масса навески железной руды, концентрата, агломерата или окатыша, объем смеси кислот для экстракционно-гравиметрического метода в зависимости от массовой доли серы указаны в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 - Масса навесок проб и объем смеси кислот для разложения

Массовая доля серы, %	Масса навески, г	Объем смеси кислот, $см^3$
От 0,01 до 0,1 вкл.	5	75
Св. 0,1 » 0,2 »	2	40
» 0,2 » 1 »	1	25

8.2 Разложение спеканием

Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша в соответствии с таблицей 1, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают в обработанный фарфоровый тигель, перемешивают с 2 – 5 г смеси для спекания, уплотняют и засыпают сверху необходимое количество смеси для спекания в соответствии с таблицей 1.

П р и м е ч а н и е – Новые фарфоровые тигли предварительно обрабатывают, прокаливая в них 7 г смеси для спекания при 800 °С в течение 20 мин.

Тигель помещают в холодную муфельную печь, нагревают до температуры 800 °С и выдерживают в течение 30 мин. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, приливают 150 $см^3$ горячей воды и нагревают до полного выщелачивания спека, помешивая и разбивая комочки стеклянной палочкой. Полученный раствор охлаждают, тигель извлекают и обмывают водой. Если при выщелачивании спека раствор окрашивается в зеленый цвет манганатом, то последний восстанавливают, добавляя несколько капель пероксида водорода и нагревая до исчезновения окраски.

8.3 Разложение сплавлением

Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша в соответствии с таблицей 1, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают в железный или никелевый тигель, содержащий 3 – 5 г смеси для сплавления, в соответствии с таблицей 1. Прибавляют 1 – 3 г пероксида натрия или 0,5 – 1 г азотнокислого калия, хорошо перемешивают и засыпают сверху необходимое количество смеси для сплавления в соответствии с таблицей 1.

Тигель медленно нагревают до температуры 800 °С, постепенно передвигая тигель в горячую зону до получения прозрачного плава. Продолжают нагревание при температуре от 800 °С до 850 °С от 15 до 20 мин в случае сплавления с пероксидом натрия, и от 20 до 30 мин в случае сплавления с азотнокислым калием.

Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, содержащий 150 $см^3$ воды, и растворяют плав при температуре 60 – 70 °С. Тигель извлекают из стакана и обмывают горячей водой.

8.3.1 Горячий раствор, полученный в соответствии с 8.2 и 8.3, фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы, собирая фильтрат в стакан вместимостью 500 $см^3$. Осадок промывают 6 – 8 раз горячим раствором углекислого натрия.

При массовой доле свинца и бария более 1 % растворы, полученные в соответствии с 8.2 и 8.3, фильтруют, оставляя большую часть осадка в стакане, в котором проводилось выщелачивание. Приливают 50 $см^3$ горячего раствора углекислого натрия, кипятят в течение 5 – 10 мин и фильтруют через тот же фильтр.

Затем осадок переносят из стакана на фильтр и промывают 5 – 6 раз раствором углекислого натрия. Осадок отбрасывают.

Фильтрат, объем которого должен быть около 250 $см^3$, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, по метиловому оранжевому и добавляют избыток кислоты в расчете от 1 до 1,5 $см^3$ на 100 $см^3$ раствора. Полученный основной раствор используют для осаждения сульфат-иона (см. 8.5).

8.4 Кислотное разложение

8.4.1 Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша в соответствии с таблицей 2, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, прибавляют 1 г хлората калия, 4 $см^3$ воды и тщательно перемешивают.

Приливают смесь кислот, в соответствии с таблицей 2, и осторожно нагревают до растворения навески. Выпаривают раствор досуха, охлаждают, прибавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают досуха, продолжая нагревать при температуре примерно 150 °С в течение 30 мин. Охлаждают, добавляют 30 $см^3$ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, прибавляют 25 $см^3$ воды и кипятят в течение 5 мин. Раствор фильтруют через плотный бумажный фильтр (синяя лента), собирая раствор в стакан вместимостью 500 $см^3$. Промывают фильтр и остаток теплым раствором соляной кислоты, разбавленным 2:100 до отрицательной реакции небольшой порции фильтрата на ион железа (III) с раствором роданида аммония. Фильтр с остатком сохраняют.

Фильтрат и промывные воды выпаривают до объема 10 $см^3$, охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, используя 50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 2:1, приливая ее для ополаскивания стакана несколькими порциями. Добавляют в воронку 50 $см^3$ метил изобутил кетона и встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев сливают нижний водный слой во вторую делительную воронку. Промывают органический слой соляной кислотой, разбавленной 2:1, встряхивая 30 с. После разделения слоев соединяют нижний водный слой с первым. Повторяют промывание органической фазы, соединяют водный раствор и отбрасывают органическую фазу.

Приливают 50 $см^3$ метил изобутил кетона в воронку, содержащую водный раствор, и встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев сливают нижний водный слой в стакан вместимостью 500 $см^3$. Промывают органическую фазу, экстрагируя дважды с 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 2:1. Органическую фазу отбрасывают, водные растворы объединяют и прибавляют 10 $см^3$ смеси кислот и выпаривают досуха для разложения органических веществ. Приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха на горячей плите при температуре около 150 °С. Затем приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха, продолжая нагревание в течение 30 мин. Охлаждают, добавляют 5 $см^3$ соляной кислоты, 30 $см^3$ воды, нагревают до растворения солей и используют как основной раствор.

8.4.2 Фильтр, содержащий остаток, помещают в платиновый тигель, смачивают его одной–двумя каплями нитрата натрия, осторожно нагревают до обугливания и озоляют при температуре от 800 °С до 850 °С. Дают тиглю остыть, приливают две-три капли азотной кислоты, 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты, нагревают досуха для удаления оксида кремния и азотной кислоты.

Примечание – при высоком содержании оксида кремния процедуру повторяют, добавляя 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты.

В охлажденный тигель вносят 3 г натрия углекислого и сплавляют остаток при температуре от 950 °С до 1000 °С. Охлажденный тигель помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$, приливают около 80 $см^3$ теплой воды и нагревают до растворения плава. Тигель вынимают, ополаскивают его водой, раствор фильтруют через плотный фильтр (синяя лента), собирая фильтрат в стакан вместимостью 300 $см^3$. Фильтр промывают несколько раз раствором карбоната натрия, осадок отбрасывают. Фильтрат нейтрализуют по метиловому оранжевому раствором соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют его небольшими порциями при перемешивании и 5 $см^3$ избытка. Присоединяют фильтрат к основному раствору.

Основной раствор нагревают до температуры около 70 °С , прибавляют 1,0 г цинка до восстановления оставшегося железа (III) до железа (II) и немедленно после полного растворения цинка фильтруют через плотный фильтр в высокий стакан вместимостью 300 $см^3$. Промывают фильтр с осадком соляной кислотой, разбавленной 2:100, до объема 100 – 150 $см^3$. Осадок отбрасывают, раствор используют для осаждения сульфат-иона (см. 8.5).

8.5 Осаждение

5.1 Растворы, полученные по 8.2, 8.3 и 8.4.2, нагревают до кипения и приливают небольшими порциями при перемешивании 15 $см^3$ раствора хлористого бария, нагретого до температуры около 100 °С. Раствор с осадком кипятят от 5 до 10 мин, накрывают часовым стеклом и оставляют на 12 ч при комнатной температуре.

Раствор фильтруют, не перемешивая, через двойной плотный фильтр (синяя лента) с небольшим количеством фильтробумажной массы.

Промывают стакан с осадком промывной жидкостью, количественно переносят осадок на фильтр, оттирают приставшие к стенкам стакана частицы кусочком беззольного фильтра и стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают 2 – 3 раза этим же раствором промывной жидкости, затем теплой водой до исчезновения ионов хлора в промывных водах (проверка с помощью раствора азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, сушат, озоляют без воспламенения, сжигают при достаточном доступе воздуха и прокаливают при температуре от 700 °С до 800 °С, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы.

Примечание – Если осадок, осажденный из основных растворов по 8.2 и 8.3, загрязнен оксидом кремния или имеет сероватый оттенок, после охлаждения к осадку прибавляют 10 капель серной кислоты, 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Тигель с осадком прокаливают 15 мин при температуре от 700 °С до 800 °С до постоянной массы и взвешивают.

8.6.2 Для внесения поправки на массу серы в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю серы (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4] \cdot 0{,}1374 \cdot K \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 – масса платинового тигля с осадком сернокислого бария, г;

m_2 – масса платинового тигля, г;

m_3 – масса платинового тигля с осадком сернокислого бария холостого опыта, г;

m_4 – масса платинового тигля холостого опыта, г;

m – масса навески пробы, г;

0,1374 – коэффициент пересчета сернокислого бария на серу;

K – коэффициент пересчета массовой доли серы на ее массовую долю в сухом материале, вычисляемый по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r}, \quad (2)$$

где W_r – массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по *ГОСТ 32279*.

9.2 Оформление и контроль качества результатов измерений в соответствии с *ГОСТ 32520*.

Значения показателя точности методики измерений и нормативов контроля точности результатов измерений массовой доли серы приведены в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 - Значения показателя точности методики измерений и нормативов контроля точности результатов измерений

В процентах

Массовая доля серы	Предел повторяемости, r при P=0,95	Предел воспроизводимости, R при P=0,95	Предел внутрилабораторной прецизионности, $R_л$ при P=0,95	Показатель точности, доверительные границы погрешности ±Δ при P=0,95	Норматив контроля процедуры выполнения измерений, $K_т$ при P=0,90
От 0,01 до 0,02 вкл.	0,004	0,006	0,005	0,004	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,007	0,010	0,008	0,007	0,005
» 0,05 » 0,10 »	0,010	0,015	0,013	0,011	0,007
» 0,10 » 0,20 »	0,016	0,022	0,019	0,016	0,011
» 0,20 » 0,50 »	0,025	0,036	0,030	0,025	0,018
» 0,50 » 1,0 »	0,06	0,08	0,07	0,06	0,04
» 1,0 » 2,0 »	0,12	0,14	0,13	0,10	0,08
» 2,0 » 5,0 »	0,20	0,24	0,22	0,17	0,13

Процедуру проверки приемлемости результатов анализа проводят, руководствуясь *[7]* и *ГОСТ 32520* (п.10.2).

9.3 Результат анализа оформляют протоколом или записью в журнале в соответствии с *ГОСТ 32520* (п.11).

10 Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль точности и контроль внутрилабораторной прецизионности проводят в соответствии с *ГОСТ 32520* (п.10.3 и п.12), рекомендациями *[8]* с учетом требований *[7].*

Библиография

[1] Международный стандарт ISO 5725-1:1994[1)]	Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1. General principles and definitions. (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения)
[2] Технические условия ТУ 6-09-2706-73	Натрия пероксид
[3] Технические условия ТУ-6-09-1432-71	Метил изобутил кетон
[4] Технические условия ТУ 2642-001-13927158-2003	Фильтры обеззоленные (белая, синяя лента)
[5] Технические условия ТУ 6-09-5294-86	Цинк гранулированный
[6] Технические условия ТУ 6-09-5171-84	Метиловый оранжевый, индикатор
[7] Международный стандарт ISO 5725-6:1994[2)]	Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values. (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике)
[8] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76-2004	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

[1)] *В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.*

[2)] *В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6 Использование значений точности на практике»*

До принятия межгосударственного стандарта используют аналогичные национальные стандарты, если они идентичны международным стандартам ISO 5725-1:1994 и ISO 5725-6:1994

УДК 622.341.1:546.712-31.06:006.354 МКС 73.060.10 MOD

Ключевые слова: руды железные, концентраты железорудные, агломераты, железорудные, окатыши железорудные, сера, испытание

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 40 экз. Зак 3460.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru