ГОСТ 14048.8—80

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:546.22.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения серы

Zinc concentrates.
Method for the determination of sulphur

ГОСТ 14048.8—80*

Взамен ГОСТ 14048.8—71

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена 01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает гравиметрический метод определения серы от 25 до 40 %.

Метод основан на осаждении сульфат-ионов в виде сульфата бария после кислотного разложения концентрата в присутствии окислителя (бромата калия). Влияние трехвалентного железа устраняется восстановлением гидразином или гидроксиламином.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 360—65.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной 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 используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, гидрохлорид гидроксиламина, дигидрохлорид гидразина, хлористый барий, бромноватокислый калий;
- 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, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать 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. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Печь электрическая муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 1000 °С.
Термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:100.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, раствор 100 г/дм^3.
Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74.
Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.
Гидразина дигидрохлорид по ГОСТ 22159—76.
Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм^3.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 1 %-ный раствор.
Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 0,1 %-ный раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 0,8—1 г бромноватокислого калия, 20 см^3 азотной кислоты, закрывают колбу часовым стеклом и оставляют без нагрева на 30—60 мин.

Если сера полностью не окислилась (присутствуют корольки серы черного или желтого цвета), то еще прибавляют 0,3—0,5 г бромноватокислого калия, закрывают колбу часовым стеклом и вновь оставляют без подогрева на 20—30 мин до полного окисления серы.

Затем часовое стекло снимают и раствор нагревают до прекращения выделения бурых паров. Прибавляют 1 г хлористого натрия и продолжают нагревание, выпаривая раствор почти досуха. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают почти досуха. Выпаривание с 10 см^3 соляной кислоты повторяют. При выпаривании необходимо следить, чтобы осадок не прокаливался.

К сухому остатку прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают 1—2 мин, приливают 80—100 см^3 горячей воды, кипятят 1—2 мин и охлаждают в проточной воде.

3.2. При анализе цинковых концентратов, содержащих не более 1,5 % барита, нерастворимый остаток отфильтровывают через тампон из фильтробумажной массы или плотный фильтр (синяя лента), уплотненный фильтробумажной массой, и промывают 7—8 раз соляной кислотой, разбавленной 1:100 (раствор А). Нерастворимый остаток отбрасывают.

При анализе концентратов, содержащих более 1,5 % барита, нерастворимый остаток отфильтровывают через тампон из фильтробумажной массы диаметром не более 1,5 см или плотный фильтр (синяя лента) диаметром не более 7 см, уплотненный фильтробумажной массой, промывают 7—8 раз соляной кислотой, разбавленной 1:100, затем 2—3 раза водой (раствор Б). Фильтр с нерастворимым остатком помещают в колбу вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 раствора углекислого натрия, закрывают колбу часовым стеклом и умеренно кипятят в течение 20—25 мин для выщелачивания сульфат-ионов, периодически добавляя горячую воду с целью сохранения первоначального объема. Раствор фильтруют через фильтр (белая лента) и промывают 7—8 раз горячей водой. Фильтрат нейтрализуют 3 см^3 соляной кислоты и присоединяют его к раствору Б.

Раствор А или Б разбавляют водой до 300 см^3, прибавляют 0,05—0,1 г гидроксиламина или гидразина, нагревают до кипения (раствор при этом из желтого становится бесцветным), приливают 10 см^3 горячего раствора хлористого бария, кипятят 1—2 мин и оставляют на теплом месте на 3 ч (или на ночь). Осадок отфильтровывают на плотный фильтр (синяя лента), уплотненный беззольной фильтробумажной массой, промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:100, затем 5—6 раз горячей водой до исчезновения реакции промывных вод на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, сушат, озоляют при хорошем доступе воздуха и прокаливают при температуре 800—850 °С в течение 30—40 мин. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, осадок сульфата бария осторожно переносят на взвешенную лодочку или часовое стекло (остатки сметают жесткой кисточкой) и взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0{,}1373 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка сульфата бария, г;

0,1373 — коэффициент пересчета сульфата бария на серу;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. 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 серы, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 25,0 до 30,0 включ.	0,4	0,6
Св. 30,0 » 35,0	0,5	0,7
» 35,0 » 40,0	0,7	1,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.03.99. Подписано в печать 14.04.99. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,37.
Тираж 121 экз. С 2577. Зак. 352.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru