МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.Г. Саюн, К.Ф. Гладышева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1241—78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14047.6—71

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 10262—73	2.1
ГОСТ 1277—75	2.1	ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 4108—72	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 9147—80	2.1		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 5—81, 11—84, 10—89)

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.04.99. Подписано в печать 20.04.99. Усл. печ. л. 0,5. Уч.-изд. л. 0,37.
Тираж 126 экз. С2652. Зак. 1011.

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

УДК 622.344-15:546.22.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Гравиметрический метод определения серы

ГОСТ 14047.6—78

Lead concentrates. Determination of sulphur. Gravimetric method

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает гравиметрический метод определения массовой доли серы от 12 до 35 %.

Метод основан на осаждении сульфат-ионов раствором хлористого бария после спекания навески концентрата со смесью углекислого натрия и окиси цинка.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С;

термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый или платинородий-платиновый;

тигли и ступки лабораторные фарфоровые по ГОСТ 9147;

тигли лабораторные корундизовые;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1;

водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор 300 г/дм^3;

цинка окись по ГОСТ 10262;

барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 100 г/дм^3;

метиловый оранжевый (пара-диметиламиназобензолсульфокислый натрий), 0,1 %-ный раствор;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 и 2 %-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 1 %-ный раствор;

смесь для спекания; готовят следующим образом: три весовые части безводного углекислого натрия тщательно растирают в агатовой или фарфоровой ступке с двумя весовыми частями окиси цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,3000—0,5000 г (в зависимости от содержания серы) перемешивают в корундизовом или фарфоровом тигле с 5—10 г смеси для спекания и сверху покрывают тонким слоем этой же смеси. Тигель с содержимым ставят на 10—15 мин на край муфельной печи (при открытой дверце печи), затем перемещают его в середину печи, закрывают дверцу и нагревают в течение 1,5—2 ч при 750—800 °С. При этом спек должен хорошо отстать от стенок тигля. После охлаждения тигель со спеком помещают в стакан вместимостью 250 см^3, содержащий 100—150 см^3 горячей воды, и кипятят до полного распадения спека, непрерывно перемешивая содержимое.

Тигель вынимают, протирают внутри стеклянной палочкой с резиновым наконечником и обмывают над стаканом водой. Если раствор окажется окрашенным, прибавляют несколько капель перекиси водорода. Раствор вместе с остатком от выщелачивания спека переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 200 см^3, отбрасывая первые порции фильтрата. Фильтрат объемом 200 см^3 переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, обмывая стенки мерной колбы несколько раз водой. Раствор подкисляют в присутствии метилового оранжевого соляной кислотой, разбавленной 1:1, разбавляют водой до 300 см^3, прибавляют 3 см^3 соляной кислоты, кипятят несколько минут, после чего приливают 20 см^3 горячего раствора хлористого бария и кипятят 3—5 мин.

Раствор с осадком сульфата бария оставляют на 5—6 ч или на ночь. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, промывают 4—5 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой, а затем водой по прекращения реакции промывных вод на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра). Промытый осадок вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель, сушат, озоляют при хорошем доступе воздуха и прокаливают при температуре 800—850 °С в течение часа. После охлаждения осадок сульфата бария осторожно переносят в лодочку или на часовое стекло (остатки сметают жесткой кисточкой) и взвешивают.

(Измененная редакция № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 0{,}1374 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка сернокислого бария, г;

0,1374 — коэффициент пересчета сернокислого бария на серу;

m — масса навески концентрата, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

%

Массовая доля серы	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 12 до 20	0,2	0,25
Св. 20 » 25	0,3	0,35
» 25 » 30	0,35	0,4
» 30 » 35	0,4	0,5

(Измененная редакция, Изм. № 3).

gost.e-ecolog.ru