

БОКСИТ**ГОСТ**

Гравиметрический метод определения общей серы

14657.8—83

Bauxite. Gravimetric method for the determination of total sulphur content

{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 несльфатной 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 см³ 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°C.

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

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%.

Метилловый 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°C и выдерживают при этой температуре в течение 30 мин. Затем тигель вынимают из печи, охлаждают, помещают вместе с крышкой в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 150 см³ 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 см³ 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 см³, осадок промывают четыре-пять раз горячим раствором углекислого натрия, затем пять-шесть раз горячей водой до объема 200 см³.

(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°C, выдерживают при этой температуре до тех пор, пока плавы не станут прозрачными, 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°C 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°C 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°C 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°C 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) °C 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)