

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ**

Издание официальное

Госстандарт России
Научно-техническая
БИБЛИОТЕКА

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. Вареникова
 Компьютерная верстка Л.Л. 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Гравиметрический метод определения серы

Lead concentrates. Determination of sulphur.
Gravimetric methodГОСТ
14047.6—78

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 °C;
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/дм³;
цинка окись по ГОСТ 10262;
барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 100 г/дм³;
метиловый оранжевый (пара-диметиламинаизобензолсульфокислый 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).

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 перемешают его в середину печи, закрывают дверцу и нагревают в течение 1,5—2 ч при 750—800 °C. При этом спек должен хорошо отстать от стенок тигля. После охлаждения тигель со спеком помещают в стакан вместимостью 250 см³, содержащий 100—150 см³ 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 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 200 см³, отбрасывая первые порции фильтрата. Фильтрат объемом 200 см³ переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³, обмывая стенки мерной колбы несколько раз водой. Раствор подкисливают в присутствии метилового оранжевого соляной кислотой, разбавленной 1:1, разбавляют водой до 300 см³, прибавляют 3 см³ соляной кислоты, кипятят несколько минут, после чего приливают 20 см³ 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 прекращению 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 °C 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 аликовитной 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 | Св. 20 » 25 | |
| » 25 » 30 | 0,2 | 0,3 | 0,25 |
| » 30 » 35 | 0,35 | 0,4 | 0,35 |
| | 0,4 | | 0,4 |
| | | | 0,5 |

(Измененная редакция, Изм. № 3).