

ГОСТ 14048.15—80

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

---

## КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДОВ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Издание официальное

Б3 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
М о с к в а

**КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ****Методы определения оксидов кальция и магния**

Zinc concentrates.

Methods for the determination of calcium oxide and magnesium oxide

**ГОСТ****14048.15—80\***

Взамен

**ГОСТ 14048.15—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 № 4—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает титриметрический метод определения оксида кальция и гравиметрический — оксида магния от 0,2 до 5 %.

Метод определения оксида кальция основан на осаждении кальция в виде оксалата с последующим титрованием оксалат-ионов перманганатом калия. В фильтрате от оксалата кальция осаждают магний в виде фосфата магния-аммония и после прокаливания взвешивают. Мешающие определению элементы (свинец, цинк, медь, железо, марганец и др.) предварительно осаждают тиоацетамидом.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).****1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по методикам настоящего стандарта и ГОСТ 14048.11—80 или аттестованным методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реагентов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).****Ia. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

Ia.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используют реагенты, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак, фтористый аммоний, тиоацетамид, азотнокислый аммоний, пероксид водорода. 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, сероводорода, фторида кремния, аэрозолей реагентов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений 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. Ia. (Введен дополнительно, Изм. № 1).**

## 2. РЕАКТИВЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 5 : 100.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 2 : 100.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Тиоацетамид, 2 %-ный раствор.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74, 10 %-ный раствор.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 5 %-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 1 %-ный раствор, подкисленный азотной кислотой.

Жидкость промывная; готовят следующим образом: 2 г хлористого амmonия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, приливают 20 см<sup>3</sup> аммиака, 10 см<sup>3</sup> раствора тиоацетамида, доливают до 1000 см<sup>3</sup> водой и перемешивают.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 1 %-ный раствор.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 0,5000—1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смачивают 1—2 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 0,5—1 г фтористого амmonия, 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и растворяют при слабом нагревании в течение 10—15 мин. Затем приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и продолжают нагревание, упаривая раствор досуха. Приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают 1—2 мин, добавляют 100 см<sup>3</sup> горячей воды и кипятят 3—5 мин до полного растворения растворимых хлоридов.

Раствор охлаждают до 60—70 °C, нейтрализуют аммиаком до начала выпадения осадка гидроксида железа и приливают 3 см<sup>3</sup> в избыток (рН 8—8,5). Прибавляют 2—3 г хлористого амmonия, нагревают до кипения, приливают 15—20 см<sup>3</sup> раствора тиоацетамида и вновь нагревают до кипения. Раствор с осадком сульфидов оставляют в течение 1 ч при 80—90 °C. Для лучшей коагуляции осадка в раствор добавляют немного беззольной фильтробумажной массы.

Осадок отфильтровывают через плотный фильтр (синяя лента) и промывают 7—8 раз промывной жидкостью. Фильтрат кипятят 20—30 мин до удаления запаха аммиака, добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 8—10 капель пероксида водорода и вновь кипятят 15—20 мин до полной коагуляции серы. Осадок серы отфильтровывают через фильтр средней плотности (белая лента) и промывают 7—8 раз горячей водой.

3.2. Для определения массовой доли оксида кальция раствор подогревают почти до кипения (90—95 °C), прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого, 2 г щавелевокислого амmonия и перемешивают до полного растворения соли. Раствор осторожно, по каплям, нейтрализуют аммиаком при непрерывном перемешивании до изменения окраски в желтый цвет и приливают 1,5—2 см<sup>3</sup> в избыток.

Раствор нагревают до кипения и оставляют на 50—60 мин при 80—90 °C. Выпавший осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают через фильтр средней плотности (белая лента), уплотненный беззольной фильтробумажной массой. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>. Осадок и колбу промывают 8—10 раз небольшими порциями горячей воды до объема фильтрата примерно 300 см<sup>3</sup>. Фильтрат (I) сохраняют для определения массовой доли оксида магния.

Воронку с осадком оксалата кальция переносят на колбу и продолжают отмывать осадок от щавелевокислого амmonия горячей водой еще 7—8 раз.

В колбу, в которой проводилось осаждение кальция, приливают 100 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты, нагревают до кипения, опускают фильтр с осадком щавелевокислого кальция и титруют освободившиеся при этом оксалат-ионы 0,1 н. раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей розовой окраски раствора.

## С. 3 ГОСТ 14048.15—80

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с реагентами для внесения в результаты анализа кальция и магния соответствующей поправки.

3.3. Для определения массовой доли оксида магния в фильтрате (I) приливают соляную кислоту до бледно-розовой окраски раствора, 10–20 см<sup>3</sup> раствора фосфорнокислого аммония, затем медленно, при перемешивании, добавляют аммиак в количестве, равном 1/3 части объема всего раствора. Раствор энергично перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником до выпадения осадка фосфата магния-аммония и оставляют на 12 ч.

Осадок отфильтровывают через плотный фильтр (синяя лента), уплотненный беззольной фильтробумажной массой, и промывают 2 %-ным раствором аммиака до отрицательной реакции на хлор-ионы (проба с азотнокислым серебром). Осадок вместе с фильтром переносят в фарфоровый тигель, сушат, озолят при 300 °С и прокаливают при 900–1000 °С в течение 30 мин. Для ускорения озоления фильтр перед сушкой смачивают 3–5 каплями раствора азотнокислого аммония. Осадок пирофосфата магния охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

3.1–3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида кальция ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где  $T$  — титр 0,1 н. раствора марганцовокислого калия по оксиду кальция, равный 0,00280 г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г.

4.2. Массовую долю оксида магния ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 0,3621 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса осадка пирофосфата магния, г;

0,3621 — коэффициент пересчета пирофосфата магния на оксид магния;

$m$  — масса навески концентрата, г.

4.3. 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 оксидов кальция и магния, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,2 до 0,6 включ.	0,1	0,2
Св. 0,6 » 2,0 »	0,2	0,3
» 2,0 » 5,0 »	0,3	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор В.Н. Копысов  
Технический редактор Л.А. Кузнецова  
Корректор В.И. Варенцова  
Компьютерная верстка С.В. Рыболов

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 28.04.99. Усл.печл. 0,47. Уч.-изд.л. 0,40  
Тираж. 121 экз. С 2708. Зак. 1032.

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