

БОКСИТ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ

Издание официальное



БЗ 1—98

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9—96 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.8—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.8—78

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

БОКСИТ**Методы определения общей серы**

Bauxite. Methods for determination of total sulphur content

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает гравиметрический и турбидиметрический методы определения общей серы при массовой доле серы от 0,1 до 6 %.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4108—72 Барий хлорид 2-водный. Технические условия
ГОСТ 4109—79 Бром. Технические условия
ГОСТ 4145—74 Калий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5712—78 Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 14657.0—96 Боксит. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 20490—75 Калий марганцевокислый. Технические условия

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на окислительном разложении пробы спеканием со смесью карбоната натрия и перманганата калия или сплавлением с гидроксидом натрия и пероксидом натрия, или разложением смесью кислот с окислением несulfатной серы до сульфат-ионов, осаждении сульфатов в виде сульфата бария и определении его массы.

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли фарфоровые с крышками.

Тигли никелевые, железные или стеклоуглеродные вместимостью 45 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 1:200.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь соляной и азотной кислот 3:1, свежеприготовленная.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Бром по ГОСТ 4109, насыщенный раствор.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Натрия пероксид.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор с массовой долей 1 %.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490.

Смесь углекислого натрия и марганцевокислого калия 1:1 (для разложения).

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, раствор с массовой долей 10 %.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1 %.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 При анализе «твердых» бокситов (содержащих диаспор) пробу разлагают одним из способов, приведенных в 4.2.1.1 и 4.2.1.2.

4.2.1.1 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 °С и выдерживают при этой температуре 30 мин. Затем тигель вынимают из печи, охлаждают, помещают вместе с крышкой в стакан вместимостью 400 см³, содержащей 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 пероксида водорода и содержимое стакана нагревают на песчаной бане 30 мин.

Горячий раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» с добавлением фильтро-бумажной массы в стакан вместимостью 400 см³. Осадок промывают четыре-пять раз горячим раствором углекислого натрия, затем пять-шесть раз горячей водой до объема 200 см³.

4.2.1.2 10 г гидроксида натрия расплавляют в никелевом, железном или стеклоуглеродном тигле. После охлаждения на поверхность плава помещают навеску пробы массой 2,5 г и насыпают на нее 5 г пероксида натрия. Тигель накрывают крышкой с небольшим зазором, помещают в холодную электропечь, которую затем постепенно нагревают до температуры 800 °С, выдерживают при этой температуре до тех пор, пока плава не станет прозрачным, и затем еще 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 и выпаривают досуха. После охлаждения к остатку добавляют 2—3 см³ соляной кислоты; 100 см³ горячей воды, нагревают до температуры 90 °С 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.

4.2.2 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 на 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 °С и выдерживают при этой температуре до растворения солей. К горячему раствору добавляют 5 см³ раствора щавелевокислого аммония и столько же раствора аммиака, чтобы гидроксиды полностью осадились (до появления слабого запаха аммиака). Стакан накрывают часовым стеклом и раствор выдерживают при температуре 90 °С 2—3 мин. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 600 см³, остаток промывают горячей водой три-пять раз.

Основную 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