

УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**руды титаномагнетитовые, концентраты.****АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ****ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ****Методы определения серы**

Титаномагнетит ores, titanomagnetite
concentrates, agglomerates and pellets
Methods for determination of sulphur

ГОСТ 18262.13—85

ОКПУ 0720

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает титриметрический подометрический метод и метод с использованием автоматических анализаторов при массовой доле серы от 0,005 до 0,2%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа по ГОСТ 18262.0.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ ПОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на прокаливании навески в токе кислорода или углекислого газа при температуре 1250—1350°C, поглощении образующейся двуокиси серы водой и титровании сернистой кислоты раствором йодид-йодата в присутствии индикатора крахмала.

2.1. Аппаратура и реактивы

Установка для определения массовой доли серы (см. чертеж).
Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые.

Лодочки фарфоровые № 2 ГОСТ 9147

Крючок из жаропрочной стали длиной 600—700 мм.

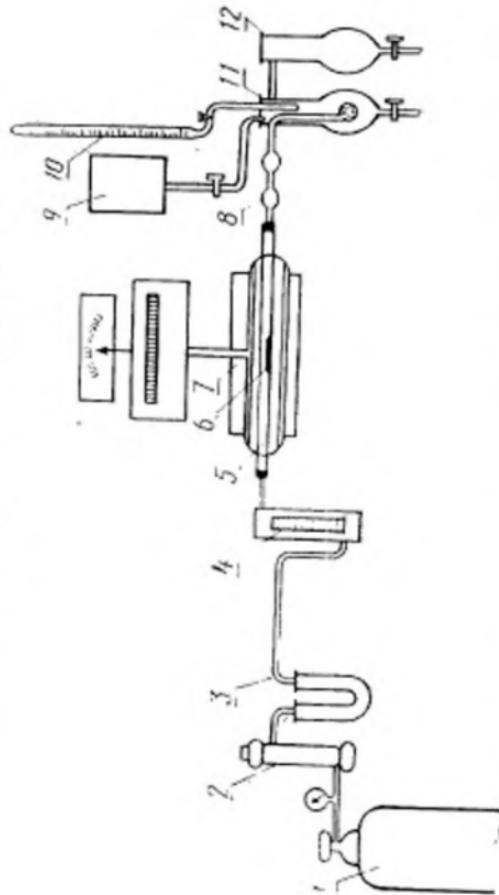
Кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583

Двуокись углерода газообразная и жидккая по ГОСТ 8050.

Лекарит

Антидрон

Установка для определения массовой доли серы



1—бакет с антрахитом или азотом и ртутью; 2—ходовая, закисленная, аскарятом; 3—U-образная трубка, закисленная аскарятом; 4—датчик для измерения расхода газа; 5—опровергнутая трубка, диаметр 250—800 мм с внутренним диаметром 18—20 мм, концы трубок должны выступать из пистолета не менее чем на 100—200 мм с зажимами стеклянными; 6—цифровой термометр; 7—горячая трубка (при нагревании с изоляцией с карбонатом натрия); 8—стеклянная трубка с изолированным, закипящим, цинковым ванном для очистки смеси газов от механических примесей, обдуваемых при скатаии; 9—автоматический насос для тщательного газоотвода; 10—форсет с твердым застывшим подкладочным калом; 11—стеклянная колба (используется тщательно с пременным сосудом другого формата и без сосуда с гравием).

Использование. При массовой доле серы более 0,01 % для очистки газа можно использовать только колонку с аскарятом.

Стекловата или вата медицинская по ГОСТ 1177 или ГОСТ 5556.

Асбест, пропитанный двуокисью марганца, для заполнения поглотительной колонки, приготовленный следующим образом: 13 г сернокислого марганца растворяют в небольшом количестве воды и этим раствором пропитывают 90 г асбестового волокна, предварительно прокаленного при 800—1000 °С. После этого в стакан с асбестом добавляют 7 г марганцовокислого калия, растворенного в 200 см³ воды, кипятят в течение нескольких минут. Затем асбест отфильтровывают на воронку Бюхнера, промывают горячей водой до отсутствия в фильтрате сернокислых солей. Пропитанный двуокисью марганца асбест сушат при 105 °С и наполняют им поглотительную колонку.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Кальций хлористый плавленый.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435.

Меди окись по ГОСТ 16539, прокаленная при 850 °С в течение 2 ч или медь (II) окись (проволока), ч. д. а.

Медь (в виде стружки), не ниже ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Крахмал, растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 0,5 г/дм³, приготовленный следующим образом: 0,5 г крахмала растворяют в 50 см³ воды при нагревании, полученный раствор вливают в колбу, где находится 935 см³ воды, приливают 15 см³ серной кислоты и перемешивают.

Титрованные растворы йодид-йодата калия.

Раствор А, приготовленный следующим образом: 0,0862 г йодноватокислого калия растворяют в 300 см³ воды, добавляют 0,4 г гидроокиси калия, перемешивают, к полученному раствору добавляют 17 г йодистого калия, растворяют при перемешивании и доливают до 1 дм³ водой.

Растворы Б, В и Г готовят разбавлением раствора А водой в соотношении 1:2 (раствор Б), 1:4 (раствор В) и 1:6 (раствор Г). Растворы хранят в склянках из гемного стекла.

Массовую концентрацию раствора йодид-йодата устанавливают по трем навескам стандартного образца железорудного сырья, близкого по химическому составу и массовой доле серы к анализируемой пробе, проведенного через стадии анализа в соответствии с п. 3.2.

Массовую концентрацию раствора йодид-йодата калия (С) в граммах серы на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где A — массовая доля серы в стандартном образце, %;
 m_1 — масса навески высушенного стандартного образца, г;
 V_1 — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см³;
 V_2 — объем раствора йодид-йодата калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

2.2 Подготовка к анализу

2.2.1. Лодочки перед применением прокаливают в огнеупорной трубке при рабочей температуре в токе кислорода или углекислого газа. (Шлиф крышки эжикатора смазывают веществом не покрывают).

2.2.2. Собирают прибор согласно чертежу. Стеклянные части прибора соединяют плотно, встык, при помощи отрезков резиновых трубок так, чтобы продукты горения не находились в соприкосновении с резиновыми трубками.

Огнеупорную трубку вставляют в печь и предварительно прокаливают при 1250—1350°C в токе кислорода или углекислого газа. Трубку с обеих сторон закрывают хорошо подогнанными резиновыми пробками со штуцером и металлической шайбой или используют специальное автоматическое запорное устройство.

2.2.3. Перед началом работы печь нагревают до 1250—1350°C и проверяют установку на герметичность по положению поплавка ротаметра.

2.2.4. Полноту выжигания серы, органических и восстановительных веществ из огнеупорной трубы контролируют следующим образом. Поглотительный сосуд и сосуд для сравнения (при его использовании) наполняют на $\frac{1}{3}$ высоты раствором крахмала, прибавляют раствор йодид-йодата до бледно-голубой окраски и пропускают кислород или двуокись углерода. Если через 4—5 мин окраска раствора в поглотительном сосуде исчезнет, прибавляют раствор йодид-йодата калия до окрашивания раствора в бледно-голубой цвет и вновь пропускают кислород или двуокись углерода. Если окраска в поглотительном сосуде не изменится, это означает, что сера и летучие восстановительные вещества полностью выгорели из огнеупорной трубы.

2.2.5. Поглотительный сосуд (и сосуд с раствором сравнения) заполняют в зависимости от массовой доли серы в пробе на $\frac{1}{3}$ или $\frac{1}{2}$ высоты раствором крахмала, окрашенным в присутствии раствора йодид-йодата в бледно-голубой цвет.

2.3 Проведение анализа

2.3.1. Навеску массой 1 г при массовой доле серы от 0,005 до 0,02% и 0,5 г — от 0,02 до 0,2% помещают в фарфоровую лодочку и покрывают медью или окисью меди массой 1 г. В случае легковыгораемых соединений серы в пробе допускается проведение определения без плавки.