

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ
Метод определения содержания серы

ГОСТ
15848.6-70

Chromium ores and concentrates.
 Method for determination of sulphur content

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 10/IV 1970 г. № 482 срок введения установлен с 1/1 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает объемный йодометрический метод определения содержания серы (при содержании от 0,005 до 0,5%).

Метод заключается в прокаливании навески руды или концентрата в токе кислорода при 1300—1350°C, поглощении образующейся двуокиси серы водой и титровании сернистой кислоты раствором йодид-йодата в присутствии индикатора крахмала.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на хромовые руды и концентраты, устанавливающих технические требования на них.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения содержания серы — по ГОСТ 15848.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения содержания серы (см. чертеж).

Калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, раствор 400 г/л.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, раствор; готовят следующим образом: 40 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 мл раствора, содержащего 400 г едкого кали.

Кальций хлористый кристаллический по ГОСТ 4141—66.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Известь натронная по ГОСТ 4455—48.

Плавление: медь по ГОСТ 859—66 марки М00 в виде мелкой стружки.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62, раствор 0,5 г/л; готовят следующим образом: 0,5 г крахмала растирают в фарфоровой ступке с 50 мл воды и вливают тонкой струей в 950 мл кипящей воды. Раствор охлаждают, приливают 15 мл соляной кислоты и перемешивают.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—65.

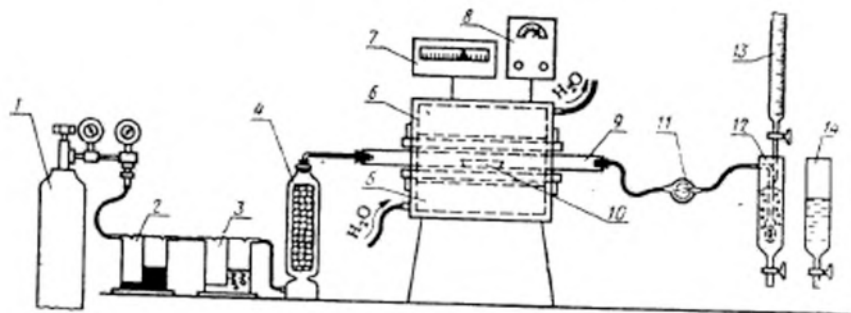
Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—65.

Йодид-йодат, титрованный раствор; готовят следующим образом: 0,0892 г йодноватокислого калия, 17 г йодистого калия и 0,4 г едкого кали помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют в 150—200 мл воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора соответствует приблизительно 0,00004 г серы.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Установка для определения содержания серы



Установка состоит из следующих элементов: баллона с кислородом 1, снабженного редуктором; склянок Тищенко 2 и 3; колонки Фрезениуса 4; горизонтальной трубчатой печи с силитовыми нагревателями 5, обеспечивающими нагрев до 1350°C; металлического кожуха 6 для охлаждения печи проточной водой; терморегулятора 7 с платино-платинородиевой термопарой; регулятора напряжения 8; трубки фарфоровой 9 длиной 650—700 мм, с внутренним диаметром 18—20 мм. Концы трубки должны выступать из печи не менее чем на 160 мм. Трубку закрывают с обоих концов резиновыми пробками, в отверстия которых вставлены стеклянные трубки. Внутреннюю торцовую поверхность пробок закрывают асбестовыми прокладками; лодочки фарфоровой 10;

стеклянной трубки с шарообразным расширением 11; поглотительного сосуда 12, высотой 190 мм, диаметром 48 мм. В сосуд впаяна Г-образная стеклянная трубка, заканчивающаяся барбатором, через который поступают газообразные продукты прокаливания. Внутри барбатора впаян стеклянный клапан, предохраняющий от переброса жидкости из поглотительного сосуда в фарфоровую трубку. В нижней части сосуда имеется кран для слива раствора; бюретки 13; сосуда для сравнения 14 диаметром 48 мм, высотой 190 мм.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Слянку Тищенко 2 заполняют на $\frac{1}{6}$ объема раствором марганцовокислого калия, слянку Тищенко 3 — на $\frac{1}{6}$ объема серной кислотой. В колонку Фрезениуса помещают тампон из стеклянной ваты. Нижнюю половину колонки заполняют хлористым кальцием, верхнюю — натронной известью, которую накрывают слоем стеклянной ваты. Стеклянную трубку с шарообразным расширением заполняют стеклянной ватой. В кожух печи пускают воду. Включают печь и нагревают ее до 1300—1350°C. Температуру печи поддерживают в этом интервале с помощью терморегулятора и регулятора напряжения.

В поглотительный сосуд и сосуд для сравнения наливают по 100—120 мл раствора крахмала, в который было прибавлено несколько капель раствора йодид-йодата до получения светло-голубой окраски. Соединяют все части установки и пропускают ток кислорода с такой скоростью, чтобы уровень жидкости в поглотительном сосуде поднялся на 30—40 мм. Закрывают доступ кислорода в поглотительный сосуд и проверяют установку на герметичность. Установка герметична, если пузырьки кислорода не проходят через слянки Тищенко.

Перед проведением анализа удаляют примесь серы из фарфоровой трубки и лодочек прокаливанием их в токе кислорода при рабочей температуре печи. Для этого лодочку помещают в наиболее нагретую часть трубки и пропускают ток кислорода. Полноту выгорания серы контролируют пропусканием газообразных продуктов через раствор крахмала. По мере обесцвечивания раствора прибавляют раствор йодид-йодата до устойчивой светло-голубой окраски.

Конец процесса выгорания серы определяют по прекращению обесцвечивания раствора.

После удаления серы из лодочек последние хранят в эксикаторе.

Раствор из поглотительного сосуда и сосуда для сравнения сливают и сосуды промывают водой.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В поглотительный сосуд и сосуд для сравнения наливают по 100—120 мл раствора крахмала, в который предварительно было прибавлено несколько капель раствора йодид-йодата до получения светло-голубой окраски. Пропускают ток кислорода с такой скоростью, чтобы жидкость в поглотительном сосуде интенсивно перемешивалась; при этом уровень жидкости поднимается на 30—40 мм.

Если наблюдается ослабление окраски раствора в поглотительном сосуде, то прибавляют по каплям титрованный раствор йодид-йодата до уравнивания окраски в обоих сосудах.

Навеска хромовой руды или концентрата в зависимости от содержания серы приведена в табл. 1.

Таблица 1

Содержание серы в %	Навеска в г
От 0,005 до 0,05	1
Св. 0,05 „ 0,25	0,5
„ 0,25 „ 0,5	0,2

Навеску хромовой руды или концентрата помещают в прокаленную фарфоровую лодочку и равномерным слоем насыпают 1 г плавня.

Лодочку с навеской и плавнем при помощи крючка помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки, закрывают ее резиновой пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, служащая для отвода газообразных продуктов прокаливания в поглотительный сосуд.

По мере поступления смеси газов ($\text{SO}_2 + \text{O}_2$) жидкость в поглотительном сосуде обесцвечивается. Из бюретки по каплям прибавляют титрованный раствор йодид-йодата до получения одинаковой окраски растворов в поглотительном сосуде и сосуде для сравнения.

Прокаливание навески считают законченным, если окраска раствора в поглотительном сосуде будет устойчивой в течение 1 мин.

По окончании прокаливания образца лодочку вынимают крючком из печи, поглотительный раствор сливают из сосуда и промывают его водой.