

**Изменение № 2 ГОСТ 444—75 Колчедан серный флотационный. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.86 № 4601**

**Дата введения 01.07.87**

На обложке и первой странице стандарта под словами «Издание официальное» проставить букву: **Е**.

Заменить код: ОКП 17 6950 на ОКП 17 6932.

По всему тексту стандарта заменить слова: «содержание» на «массовая доля», мл на см<sup>3</sup>.

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на флотационный серный колчедан, изготовляемый для нужд народного хозяйства и для экспорта и получаемый при флотации пиритсодержащих руд цветных металлов и серного колчедана хвостохранилищ обогатительных фабрик»;

третий, четвертый абзацы исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Графу «Наименование показателей» дополнить показателем: «7. Массовая доля хлора, %, не более»; графу «Нормы для марок» для всех марок дополнить значением: 0,01;

примечание 4 исключить.

Пункт 1.5. Таблица 1а. Заменить коды ОКП для всех марок серного колчедана: 17 6951 5000 на 17 6932 0005; 17 6951 на 1000 на 17 6932 0006; 17 6951 2000 на 17 6932 0007; 17 6951 3000 на 17 6932 0008; 17 6951 4000 на 17 6932 0009.

Стандарт дополнить разделом — 1а:

### **«1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

1а.1. Пыль серного колчедана, содержащая двуокись кремния, по ГОСТ 12.1.005—76 относится к веществам 4-го класса опасности.

Попадая в организм человека через органы дыхания, пыль серного колчедана может вызвать фиброз легочной ткани.

1а.2. Предельно допустимая концентрация кремнеземсодержащей пыли при содержании в ней двуокиси кремния от 2 до 10 % в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 4 мг/м<sup>3</sup> по ГОСТ 12.1.005—76.

1а.3. Серный флотационный колчедан пожаровзрывобезопасен.

1а.4. Производственные, складские помещения и лаборатория, в которых проводится работа с серным колчеданом, должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с ГОСТ 12.1.005—76.

Контроль за состоянием воздушной среды проводят по ГОСТ 12.1.007—76 и в сроки, утвержденные в установленном порядке.

1а.5. При проведении анализа серного колчедана должны соблюдаться требования нормативно-технической документации по безопасному ведению работ в химической лаборатории.

1а.6. Все производственные помещения должны быть обеспечены огнетушителями по ГОСТ 7276—77

1а.7. Работающие с серным колчеданом должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты.

1а.8. Погрузка и разгрузка серного колчедана — по ГОСТ 12 3 009—76»

(Продолжение см с. 44)

Пункт 2.1 дополнить абзацами: «Документ о качестве должен содержать: наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак; наименование продукта; марку колчедана; номер партии и дату отгрузки; массу партии; номера вагонов; результаты проведенных анализов; обозначение настоящего стандарта».

Пункт 2.2 после слова «мышьяка» дополнить словами: «суммы свинца и цинка, хлора».

Пункт 3.4.1. Второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—69 на ГОСТ 25396—82; пятый абзац после слов «фарфоровые лодочки» дополнить словами: «№ 1 или 2 по ГОСТ 9147—80»; двенадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 4599—73».

Пункт 3.5.1. Третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 10378—73 на ГОСТ 25336—82; четвертый абзац после слов «лодочки фарфоровые» дополнить словами: «№ 1 или 2 по ГОСТ 9147—80».

Пункт 3.7.1.1. Третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—69 на ГОСТ 25396—82.

Пункт 3.7.2.1. Третий абзац дополнить словами: «или приготовленный из фиксаля».

Пункт 3.8.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «уменьшение значений» на «значения».

Пункт 3.9.2. Заменить значения: 100 г на 10 г, 0,01 г на 0,0002 г.

Пункт 3.10.3. Первый абзац. Заменить значения: 20—30 мин на 40—45 мин.

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.12, 3.13

«3.12 Определение массовой доли хлора

3.12.1. Нефелометрический метод

3.12.1.1. Сущность метода

Метод основан на образовании суспензии хлористого серебра при взаимодействии азотнокислого серебра с ионами хлора и измерении интенсивности помутнения раствора. В качестве стабилизатора суспензии используют борную кислоту (при массовой доле хлора от 0,001 до 0,05 %).

3.12.1.2. Применяемые аппаратура, реактивы и растворы:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или КФК-2 (или других типов), позволяющий измерять оптическую плотность в области длин волн 420—450 нм;

фильтры бумажные обеззоленные плотные и средней плотности;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:50, 25%-ный раствор,

кислота борная по ГОСТ 9656—75, 3%-ный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 2%-ный раствор; раствор 0,25 моль/дм<sup>3</sup>;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, растворы концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; допускается приготовление из стандарт-титра;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, раствор концентрации 0,25 моль/дм<sup>3</sup>;

буферная смесь; готовят смешением растворов аммиака концентраций 0,25 моль/дм<sup>3</sup>, азотнокислого серебра концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> и азотнокислого калия концентрации 0,25 моль/дм<sup>3</sup> в соотношении 1:1:1;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

стандартные растворы хлора:

раствор А, содержащий в 1 см<sup>3</sup> 1 мг хлора, готовят растворением навески хлористого натрия массой 1,6480 г в 1000 см<sup>3</sup> воды;

раствор Б, содержащий в 1 см<sup>3</sup> 0,02 мг хлора, готовят следующим образом: отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

3.12.1.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы. Для этого в мерные колбы вместимостью по 50 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 1, 2, 4, 6,



8 и 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,02; 0,04; 0,08; 0,12; 0,16; 0,20 мг хлора. В каждую колбу последовательно добавляют по 3 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, по 2 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора азотной кислоты, разбавляют водой до объема 40 см<sup>3</sup>, приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Растворы выдерживают в темном месте в течение 20—25 мин, затем измеряют оптическую плотность растворов относительно раствора сравнения на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр при длине волны 420—450 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Раствор сравнения готовят следующим образом. В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 3 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, 2 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора азотной кислоты и разбавляют водой до объема 40 см<sup>3</sup>. Затем приливают 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащуюся в образцовых растворах массу хлора в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

#### 3.12.1.4 Проведение анализа

2—5 г колчедана взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Смачивают водой, добавляют 1 см<sup>3</sup> азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и приливают небольшими порциями 60—70 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 20 см<sup>3</sup> перекиси водорода, прибавляя небольшими порциями до прекращения бурной реакции, и оставляют на 30—40 мин. Раствор разбавляют водой в соотношении 1:1 и приливают аммиак до полного выпадения осадка гидроокиси железа, выдерживают в теплом месте плиты в течение 10—15 мин.

Осадок фильтруют на фильтре средней плотности и промывают 5—7 раз теплой водой. Объем фильтрата не должен превышать 250—300 см<sup>3</sup>.

В фильтрат добавляют 0,5—1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и небольшими порциями 25%-ный раствор азотной кислоты в присутствии универсальной индикаторной бумаги до появления муты хлорида серебра. Выдерживают в течение 10—15 мин для коагуляции осадка. Затем фильтруют через плотный фильтр и промывают 5—6 раз холодным раствором азотной кислоты (1:50). Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> буферной смеси и промывают сначала 2%-ным раствором аммиака, затем холодной водой, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 20—25 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 3 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, 2 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора азотной кислоты, 0,5—1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива, разбавляют водой до метки и снова перемешивают. Оставляют в темном месте на 20 мин, затем измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 3.12.1.3.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

Массу хлора в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

При определении водорастворимых хлоридов навеску колчедана массой 5 г помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 150—200 см<sup>3</sup> воды и встряхивают в течение 7—10 мин, затем разбавляют водой до метки. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Отбирают аликвотную часть 2—25 см<sup>3</sup> (в зависимости от массовой доли хлора) и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Далее анализ продолжают, как описано в п. 3.12.1.3.

#### 3.12.1.5 Обработка результатов

Массовую долю хлора ( $X_{10}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — масса хлора, найденная по градуировочному графику, мг,

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески колчедана, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$ , расхождение между которыми не должно превышать 0,002 %.

**3.12.2. Потенциометрический метод** (применяется в случае появления желтой окраски раствора при добавлении азотнокислого серебра).

#### 3.12.2.1. Сущность метода

Метод основан на потенциометрическом титровании анализируемого раствора, содержащего хлор-ион, раствором азотнокислого серебра. В качестве индикаторного электрода применяют серебряный электрод, в качестве вспомогательного — стеклянный (при массовой доле хлора 0,005—0,05 %).

#### 3.12.2.2. Применяемые аппаратура, реактивы и растворы:

pH-метр любого типа с комплектом электродов серебряного (индикаторного) и стеклянного (вспомогательного);

фильтры бумажные обеззоленные плотные и средней плотности,

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 25 %-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

#### 3.12.2.3. Проведение анализа

Навеску колчедана массой 25—30 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 150—170 см<sup>3</sup> воды, встряхивают в течение 5 мин, разбавляют водой до метки и перемешивают. Фильтруют через плотный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают 5—25 см<sup>3</sup> фильтрата и помещают в стакан для титрования. Приливают 2 см<sup>3</sup> 25 %-ного раствора азотной кислоты и перемешивают. Опускают в раствор электроды, включают мешалку и титруют раствором азотнокислого серебра до обнаружения скачка потенциала, отвечающего конечной точке титрования. Титрование проводят добавлением в анализируемый раствор 2—3 капель раствора азотнокислого серебра и каждый раз записывают значение потенциала после достижения постоянства Э д с.

После достижения скачка потенциала продолжают титрование по каплям до тех пор, пока изменение потенциала станет незначительным.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

#### 3.12.2.4. Обработка результатов

Массовую долю хлора ( $X_{10}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{V \cdot 35,5 \cdot 0,01 \cdot 250 \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где  $V$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент молярности раствора азотнокислого серебра;

250 — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

0,01 — массовая концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм<sup>3</sup>;

35,5 — молекулярная масса хлора, г;

$m$  — масса навески колчедана, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$ , расхождение между которыми не должно превышать 0,001 %.

*(Продолжение изменения к ГОСТ 444—75)*

При разногласиях в оценке массовой доли хлора анализ проводят нефелометрическим методом».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Флотационный серный колчедан транспортируют железнодорожным, автомобильным, речным и морским видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Железнодорожным транспортом серный колчедан транспортируют в полувагонах с нижними разгрузочными люками.

Транспортные средства и места складирования при перевалках груза в пути следования должны быть тщательно очищены от ранее перевозимых грузов.

*(Продолжение см. с. 48)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 444—75)*

В осенне-зимний период флотационный серный колчедан следует транспортировать в соответствии с правилами перевозки смерзающихся грузов с применением промораживания».

Пункт 4.2 исключить.

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. Флотационный серный колчедан должен храниться на специально подготовленных площадках в отдельных штабелях в условиях, не допускающих смешение с другими видами продукции или засорение его посторонними примесями. Срок хранения продукта не ограничен».

(ИУС № 4 1987 г.)