УДК 622.346.1—15 : 546.26.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы определения содержания общего углерода

Chromium ores and concentrates.
Methods for determination of total carbon content

ГОСТ 15848.4-70

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

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает потенциометрический метод определения содержания углерода (при содержании от 0,01 до 0,1%) и газообъемный метод определения содержания углерода (при содержании свыше 0,1 до 5%).

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения содержания общего углерода — по ГОСТ 15848.0—70.

2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на прокаливании навески хромовой руды или концентрата в токе кислорода при 1300—1350°С в присутствии плавня, состоящего из смеси железа, окиси меди и олова. Выделяющаяся двуокись углерода поглощается слабощелочным раствором, содержащим хлористый барий, пергидроль, этиловый спирт и небольшое количество гидроокиси бария. Конец реакции фиксируется потенциометрически.

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Установка для потенциометрического определения содержания углерода (черт. 1).

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, раствор 200 *г/л*.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, раствор; готовят следующим образом: 20 *г* марганцовокислого калия растворяют в 1000 *мл* раствора едкого кали.

Известь натронная по ГОСТ 4455—48.

Кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—66.

Аскарит.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—65, раствор 150 *г/л* серной кислоты.

Вата стеклянная по ГОСТ 5174—49.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—64, раствор 30 *г/л*.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—65.

Спирт этиловый гидролизный ректификованный.

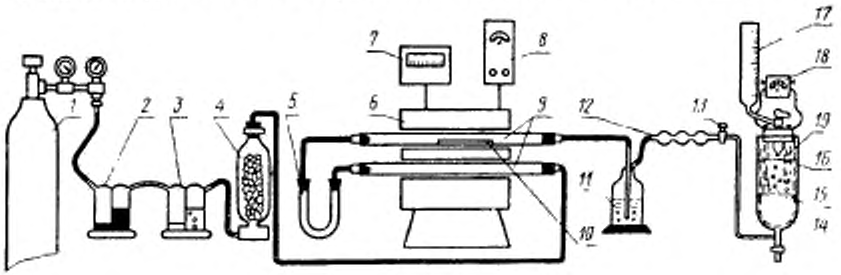
Раствор для поглощения двуокиси углерода; готовят следующим образом: 10 *г* хлористого бария растворяют в 1000 *мл* воды, приливают 5 *мл* этилового спирта и 5 *мл* раствора перекиси водорода.

Плавни: олово по ГОСТ 860—60 марки О1 в виде мелкой стружки; медь по ГОСТ 859—66 марки М0 или М1 в виде мелкой стружки, прокаленной при 550—600°С в течение 5—6 *ч*; железный порошок карбонильный рафинированный.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107—69, титрованный раствор: готовят следующим образом: 15 *г* хлористого бария и 6 *г* едкого натра растворяют в 5000 *мл* воды, предварительно прокипяченной в течение 2 *ч* и охлажденной. Раствор оставляют на 7—10 суток в колбе, закрытой пробкой. Затем раствор декантируют в другой сосуд, который закрывают пробкой, с трубкой, заполненной натронной известью.

Установка состоит из следующих элементов: баллона с кислородом *1*, снабженного редуктором; склянок Тищенко *2* и *3*; ко

Установка для потенциометрического определения содержания углерода



Черт. 1

лонки Фрезениуса *4;* U-образной трубки *5*; двухтрубчатой горизонтальной печи с силитовыми нагревателями *6;* обеспечивающими нагрев до 1300—1350°С. Печь заключена в металлический кожух, в который подается холодная вода; терморегулятора с платино-платинородиевой термопарой *7*; регулятора напряжения *8*; двух фарфоровых трубок *9* длиной 650—700 *мм*, внутренним диаметром 18—20 *мм*. Концы трубок, выступающие наружу из печи, должны иметь длину не менее 160 *мм*. Трубки с обоих концов закрывают хорошо подогнанными резиновыми пробками, в отверстия которых вставляют стеклянные или латунные трубки. Во избежание обгорания резиновых пробок внутреннюю торцовую поверхность их закрывают асбестовыми прокладками; лодочки фарфоровой *10*, прокаленной при 1000—1050°С в течение 5—6 *ч;* склянки Дрекселя *11;* трубки с шарообразным расширением *12;* одноходового крана *13;* сосуда для титрования *14* диаметром 50 *мм*, снабженного перегородкой *15* из пористой пластинки; каломельного электрода *16*; микробюретки *17;* милливольтмикроамперметра *18;* платинового электрода *19*.

2.2. **Подготовка к анализу**

Склянку Тищенко *2* заполняют на $^1/_6$ объема раствором марганцовокислого калия, склянку Тищенко *3* — на $^1/_6$ объема серной кислотой. В колонку Фрезениуса помещают тампон из стеклянной ваты, нижнюю половину колонки заполняют хлористым кальцием, а верхнюю половину — натронной известью, которую покрывают слоем стеклянной ваты.

U — образную трубку заполняют аскаритом. Склянку Дрекселя на $^1/_6$ объема заполняют раствором двухромовокислого калия. Трубку с шарообразными расширениями заполняют стеклянной ватой. Сосуд для титрования промывают дистиллированной водой, наливают в него 100 *мл* раствора для поглощения двуокиси углерода и погружают в раствор электроды на глубину 20—25 *мм*. Электроды присоединяют к милливольтмикроамперметру. В кожух печи пускают воду. Печь нагревают до 1300—1350°С. Температуру печи поддерживают постоянной при помощи терморегулятора и регулятора напряжения.

Соединяют все части установки, открывают одноходовой кран, пропускают кислород со скоростью 4—5 пузырьков в секунду и, закрыв этот кран, проверяют установку на герметичность. Установка считается герметичной, если не наблюдается прохождение пузырьков кислорода через склянки Тищенко и склянку Дрекселя.

Перед началом работы через установку пропускают кислород со скоростью 4—5 пузырьков в секунду в течение 5—7 *мин;* при этом стрелка милливольтмикроамперметра отклоняется вправо. В раствор для поглощения двуокиси углерода приливают титрованный раствор гидрата окиси бария до pH 8 (проверяют pH по универсальной индикаторной бумаге).

Пропускают кислород еще 2—3 *мин* и фиксируют положение стрелки милливольтмикроамперметра.

Перед проведением анализа лодочки дополнительно прокаливают в токе кислорода в течение 4—5 *мин* при 1300—1350°С. Прокаленные лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не должен покрываться смазывающими веществами.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Навеску хромовой руды или концентрата 1 *г* помещают в заранее прокаленную лодочку и равномерным слоем насыпают по 0,35 *г* металлического олова, железного порошка и меди. Закрывают одноходовой кран. Лодочку с навеской и плавнем помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки. Трубку немедленно закрывают пробкой. Через 40—50 *сек* осторожно открывают одноходовой кран и наблюдают за положением стрелки милливольтмикроамперметра. По мере прокаливания навески стрелка отклоняется вправо. Добавлением раствора гидрата окиси бария стрелку постепенно возвращают в первоначальное положение.

В конце титрования раствор гидрата окиси бария прибавляют осторожно, по каплям. Титрование считается законченным, когда стрелка милливольтмикроамперметра не отклоняется от первоначального положения в течение 1 *мин*.

Для определения поправки контрольного опыта сжигают три параллельные навески плавня.

В конце рабочей смены из сосуда для титрования выливают раствор и наполняют сосуд разбавленной 1 : 1 соляной кислотой.

2.3.2. Установка титра раствора гидрата окиси бария

Титр раствора гидрата окиси бария устанавливают по стандартному образцу хромовой руды или концентрата, проведенному через все стадии анализа, как указано в п. 2.3.

Титр раствора гидрата окиси бария (T), выраженный в граммах углерода, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{c \cdot G}{V \cdot 100},$$

где:

c — содержание углерода в стандартном образце в %;

G — навеска стандартного образца в *г*;

V — объем раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование углерода, в *мл*.

3. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД

Метод основан на прокаливании навески руды или концентрата в токе кислорода при 1300—1350°С с последующим поглощением образовавшейся двуокиси углерода раствором едкого кали.

Содержание углерода определяют с помощью газоанализатора типа ГОУ по ГОСТ 10713—63.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Установка для газообъемного определения содержания углерода (черт. 2).

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 : 50, к которой прибавляют несколько капель раствора метилового оранжевого.

Калия гидрат окиси (едкое кали) по ГОСТ 4203—65, раствор 400 *г/л*. Кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—66.

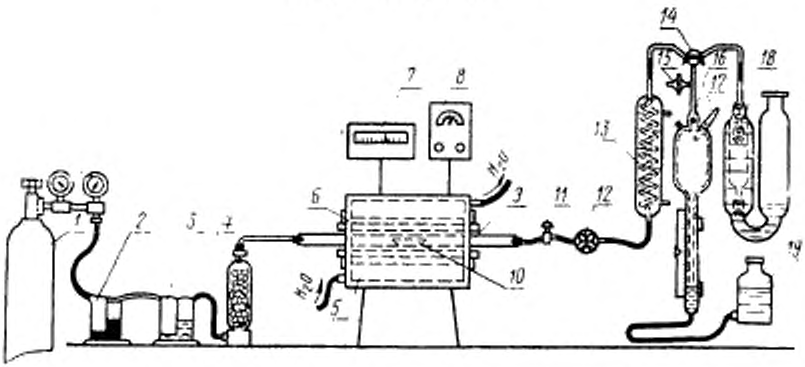
Известь натронная по ГОСТ 4455—48.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, раствор 1 *г/л*.

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

Плавни: олово по ГОСТ 860—60 марки О1 в виде мелкой стружки; медь по ГОСТ 859—66 марки М0 или М1 в виде мелкой стружки, прокаленной при 550—600°С в течение 5—6 *ч;* железный порошок карбонильный рафинированный.

Установка для газообъемного определения содержания углерода



Черт. 2

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 1300—1350°С; металлического кожуха печи *6* для охлаждения проточной водой; терморегулятора *7;* регулятора напряжения *8;* трубки фарфоровой *9* длиной 650—700 *мм*, внутренним диаметром 18—20 *мм*. Концы трубки должны выступать из печи не менее чем на 160 *мм*. Трубку с обоих концов закрывают резиновыми пробками, в отверстия которых вставляют стеклянные или латунные трубки. Внутреннюю

торцовую поверхность пробок закрывают асбестовыми прокладками; лодочки фарфоровой *10,* прокаленной в течение 12 *ч* при 1000—1050°С. Лодочку хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не должен покрываться смазывающими веществами; стеклянного крана *11;* стеклянной трубки с шарообразным расширением *12;* холодильника *13*; двухходового крана *14;* одноходового крана *15;* газоизмерительной бюретки (эвдиометра) *16;* термометра *17;* поглотительного сосуда *18;* уравнительной склянки *19.*

3.2. **Подготовка к анализу**

Склянку Тищенко *2* заполняют на $^1/_6$ объема раствором марганцовокислого калия; склянку *3* на $^1/_6$ объема — серной кислотой. В колонку Фрезениуса помещают тампон из стеклянной ваты; нижнюю половину колонки заполняют хлористым кальцием, верхнюю половину — натронной известью, которую покрывают слоем стеклянной ваты. В трубку с шарообразным расширением помещают стеклянную вату. Поглотительный сосуд наполняют раствором едкого кали с таким расчетом, чтобы первая часть сосуда (по ходу газа) была наполнена доверху, а вторая — на $^1/_4$ объема. Уравнительную склянку наполняют разбавленной серной кислотой, содержащей индикатор метиловый оранжевый, и ставят на нижнюю полочку аппарата; жидкость в уравнительной склянке и газоизмерительной бюретке должна при этом находиться на одном уровне, соответствующем нулевому делению шкалы газоизмерительной бюретки.

После каждого наполнения уравнительной склянки свежим раствором необходимо провести предварительное сжигание двух трех навесок чугуна для насыщения раствора двуокисью углерода.

Включают печь и соединяют все части установки (см. черт. 2) после этого проверяют герметичность газоанализатора, печи всех соединений при 1300—1350°С.

Для проверки герметичности газоанализатора двухходовым краном разобщают газоизмерительную бюретку, поглотительный сосуд и холодильник, открывают одноходовой кран, посредством уравнительной склянки наполняют газоизмерительную бюретку жидкостью до верхней части шкалы и закрывают одноходовой кран. Уравнительную склянку опускают ниже уровня газоанализатора и затем ставят ее на верхнюю полочку газоанализатора. При этом уровень жидкости в газоизмерительной бюретке должен оставаться постоянным в течение 1—2 *мин.*

Для проверки герметичности печи и всех соединений двухходовым краном разобщают газоизмерительную бюретку и печь и пускают ток кислорода со скоростью 4—5 пузырьков в секунду. При этом не должно наблюдаться прохождения пузырьков кислорода через склянки Тищенко.

Перед началом проведения анализа через установку пропускают ток кислорода со скоростью 4—5 пузырьков в секунду в течение 5—7 *мин*. Двухходовым краном разобщают газоизмерительную бюретку, печь и поглотительный сосуд, открывают одноходовой кран и газоизмерительную бюретку заполняют жидкостью. Одноходовой кран закрывают и ставят уравнительную склянку на верхнюю полочку газоанализатора.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Навеска хромовой руды или концентрата в зависимости от содержания общего углерода приведена в табл. 1.

Таблица 1

Содержание общего углерода в %	Навеска в *г*
Св. 0,10 до 1,0	1,0
„ 1,0 „ 2,5	0,5
„ 2,5 „ 5	0,2

Навеску хромовой руды или концентрата помещают в фарфоровую лодочку и насыпают равномерным слоем по 0,35 *г* олова, железного порошка и меди. Лодочку с содержимым помещают в наиболее нагретую часть трубки, которую немедленно закрывают пробкой.

Через 40—50 *сек* поворотом двухходового крана соединяют печь с газоизмерительной бюреткой. Уравнительную склянку оставляют на верхней полочке до тех пор, пока газовая смесь не вытеснит жидкость на $^2/_3$ объема широкой части газоизмерительной бюретки. После этого уравнительную склянку ставят на нижнюю полочку газоанализатора. Когда уровень жидкости в измерительной бюретке опустится примерно до деления шкалы 0,15, открывают выходное отверстие фарфоровой трубки и извлекают лодочку. Уровень жидкости в газоизмерительной бюретке должен находиться на нулевом делении шкалы. Если этого не наблюдается, то при помощи подвижной шкалы устанавливают нулевое деление на уровне жидкости.

Далее приступают к поглощению двуокиси углерода. Для этого поворотом двухходового крана соединяют газоизмерительную бюретку с поглотительным сосудом. Газовую смесь перекачивают из газоизмерительной бюретки в поглотительный сосуд. Оставшийся непоглощенный газ из поглотительного сосуда снова перекачивают в газоизмерительную бюретку.

Операцию поглощения двуокиси углерода повторяют, наблюдая за тем, чтобы в верхней части поглотительного сосуда не оставалось пузырьков газа.

Поворотом двухходового крана разъединяют газоизмерительную бюретку с поглотительным сосудом.

Через 20—25 *сек* после стекания жидкости уравнивают мениски жидкости в газоизмерительной бюретке и уравнительной склянке и измеряют объем поглощенного газа по шкале газоизмерительной бюретки. При этом отмечают температуру газа в газоизмерительной бюретке и атмосферное давление по барометру. Поправку на температуру и давление находят по таблице, прилагаемой к газоанализатору.

Для определения поправки контрольного опыта сжигают три параллельные навески плавня.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание общего углерода (X) в процентах при определении потенциометрическим методом вычисляют по формуле:

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

где:

V — объем раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование, в *мл;*

T — титр раствора гидрата окиси бария, выраженный в граммах углерода;

G — навеска руды или концентрата в *г.*

4.2. Содержание общего углерода (X_1) в процентах при определении газообъемным методом вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{A \cdot P}{G},$$

где:

A — показания шкалы газоизмерительной бюретки в %;

P — поправочный коэффициент на температуру и давление;

G — навеска руды или концентрата в *г.*

4.3. Максимальное расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины допускаемого расхождения для соответствующего интервала содержания общего углерода, приведенной в табл. 2.

Средний результат одновременно проведенного анализа стандартного образца не должен отличаться от результата, указанного в свидетельстве, более, чем на величину половины допускаемого расхождения.

При получении неудовлетворительных результатов определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Таблица 2

Содержание общего углерода в %	Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в абс. %
От 0,01 до 0,05	0,01
Св. 0,05 „ 0,1	0,02
„ 0,1 „ 0,2	0,03
„ 0,2 „ 0,5	0,04
„ 0,5 „ 1	0,05
„ 1 „ 2,5	0,07
„ 2,5 „ 5	0,1

Изменение № 1 ГОСТ 15848.4—70 Руды хромовые и концентраты. Методы определения содержания общего углерода

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 02.08.85 № 2458 срок введения установлен

с 01.01.86

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Руды хромовые и концентраты. Методы определения общего углерода**

Chromium ores and concentrates. Methods for determination of total carbon».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0741.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: г/л на т/дм^3, мл на см^3.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «содержания» на «**массовой доли**» (2 раза);

исключить слова: «при содержании» (2 раза);

второй абзац исключить.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 15848.0—70 на ГОСТ 15848.0—85; исключить слово: «содержания».

Раздел 2. Вводная часть. Заменить слова: «окиси» на «оксида»; «Выделяющаяся двуокись» на «Выделяющийся диоксид»; «гидроокиси» на ««гидроксида».

Пункт 2.1. Второй абзац и наименование чертежа. Исключить слово: «содержания»;

четвертый абзац. Заменить слова: «гидрат окиси» на «**гидроксид**»;

шестой абзац. Заменить слова: «Известь натронная по ГОСТ 4455—48» на «**Аскарит**»;

десятый абзац исключить;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «гидрат окиси» на «**гидроксид**»;

пятнадцатый абзац. Заменить слова: «двуокиси» на «**диоксида**», «перекиси» на «**пероксида**»;

семнадцатый абзац. Заменить слова: «гидрат окиси» на «**гидроксид**», «натронной известью» на «**хлористым кальцием**»;

дополнить абзацами (после семнадцатого): «Массовую концентрацию раствора гидроксида бария устанавливают по стандартному образцу хромовой руды или концентрата, проведенному через все стадии анализа, как указано в п. 2.3.

Массовую концентрацию раствора гидроксид бария (T), выраженную в граммах углерода, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot m_1}{V \cdot 100},$$

где C — массовая доля углерода в стандартном образце, %;

m_1 — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора гидроксида бария, израсходованный на титрование, см^3»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «склянок Тищенко» на «**U-образные трубки**»;

заменить ссылки: ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4203—65 на ГОСТ 24363—80, ГОСТ 4527—65 на ГОСТ 20490—75, ГОСТ 4460—66 на ГОСТ 4460—77, ГОСТ 4220—65 на ГОСТ 4220—75, ГОСТ 10929—64 на ГОСТ 10929—76, ГОСТ 4328—66 на ГОСТ 4328—77, ГОСТ 4108—65 на ГОСТ 4108—72, ГОСТ 860—60 на ГОСТ 860—75, ГОСТ 859—66 на ГОСТ 859—78, ГОСТ 4107—69 на ГОСТ 4107—78.

Пункт 2.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «U-образную трубку *2* заполняют аскаритом; U-образную трубку *3* заполняют асбестом, пропитанным диоксидом марганца. В колонку Фрезениуса помещают тампон из стеклянной ваты, заполняют ее хлористым кальцием, который покрывают слоем стеклянной ваты»;

третий абзац. Заменить слова: «U-образную трубку» на «**U-образную трубку 5**», «двуокиси» на «**диоксида**»;

(Продолжение см. с. 48)

четвертый абзац. Заменить слова: «склянки Тищенко» на «U-образные трубки»;

пятый абзац. Заменить слова: «двуокиси» на «диоксида», «гидрата окиси» на «гидроксида».

Пункт 2.3.1. Первый, второй абзацы. Заменить слова: «гидрата окиси» на «гидроксида».

Пункт 2.3.2 исключить.

Раздел 3. Вводная часть. Заменить слово: «двуокиси» на «диоксида».

Пункт 3.1. Второй абзац и чертеж 2 (наименование). Исключить слово: «содержания»;

четвертый абзац. Заменить слова: «гидрат окиси» на «гидроксид»;

исключить слова: «Известь натронная по ГОСТ 4455—48».

девятый абзац. Заменить слова: «склянок Тищенко» на «U-образные трубки».

Пункт 3.2. Второй абзац до слов «Поглотительный сосуд» изложить в новой редакции: «U-образную трубку *2* заполняют аскаритом; U-образную трубку *3* заполняют асбестом, пропитанным диоксидом марганца. В колонку Фрезениуса помещают тампон из стеклянной ваты, заполняют колонку хлористым кальцием, который покрывают слоем стеклянной ваты»;

третий абзац. Заменить слово: «двуокись» на «диоксидом»;

шестой абзац. Заменить слова. «склянки Тищенко» на «U-образные трубки».

Пункт 3.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Масса навески хромовой руды или концентрата в зависимости от массовой доли общего углерода приведена в табл. 1»;

таблица 1. Головка. Наименования граф изложить в новой редакции: «Массовая доля общего углерода, %»; «Масса навески, г»;

четвертый, пятый абзацы. Заменить слово: «двуокиси» на «диоксида»;

заменить ссылки: ГОСТ 10713—63 на ГОСТ 10713—75, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4203—65 на ГОСТ 24363—80, ГОСТ 4460—66 на ГОСТ 4460—77, ГОСТ 4527—65 на ГОСТ 20490—75, ГОСТ 860—60 на ГОСТ 860—75, ГОСТ 859—66 на ГОСТ 859—78.

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. Обработка результатов

4.1. При определении общего углерода потенциометрическим методом массовую долю углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора гидроксида бария, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора гидроксида бария, выраженная в граммах углерода;

m — масса навески руды или концентрата, г.

При определении общего углерода газообъемным методом массовую долю углерода (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{A \cdot P}{m},$$

где A — показание шкалы газоизмерительной бюретки, %;

P — поправочный коэффициент на температуру и давление;

m — масса навески руды или концентрата, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 49)

Таблица 2

Массовая доля общего углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,05	0,01
Св. 0,05 » 0,1	0,02
» 0,1 » 0,2	0,03
» 0,2 » 0,5	0,04
» 0,5 » 1,0	0,05
» 1,0 » 2,5	0,07
» 2,5 » 5,0	0,10

(ИУС № 11 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 15848.4—70 Руды хромовые и концентраты. Методы определения содержания общего углерода

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3581

Дата введения 01.07.91

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Руды хромовые и концентраты. Методы определения общего углерода».**

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает газообъемный (при массовой доле углерода от 0,1 до 5,0 %) и кулонометрический (при массовой доле углерода от 0,01 до 5,0 %) методы определения углерода».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 15848.0—70 на ГОСТ 15848.0—90.

Раздел 2 исключить.

Раздел 3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Метод основан на сжигании навески руды или концентрата в токе кислорода при температуре 1350—1380 °С в присутствии плавня с последующим поглощением образовавшегося диоксида углерода раствором гидроокиси калия. Массовую долю углерода определяют по разности первоначального объема и объема, полученного после поглощения диоксида углерода раствором гидроокиси калия».

Пункт 3.1. Седьмой абзац. дополнить словами: «Допускается применять другие плавни»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: **«Установка состоит из следующих элементов:** баллона с кислородом *1*, снабженного редуктором (допускается использовать кислород из кислородопровода); склянок Тищенко *2* и *3*; колонки Фрезениуса *4*; горизонтальной трубчатой печи с карбид-кремниевыми нагревателями *5*, обеспечивающими нагрев до 1350—1380 °С; металлического кожуха печи *6* для охлаждения проточной водой; терморегулятора *7*; регулятора напряжения *8*; трубки муллито-кремнеземистой *9* длиной 650—700 мм, внутренним диаметром 18—20 мм. Концы трубки должны выступать из печи не менее чем на 160 мм. Трубку с обоих концов закрывают резиновыми пробками, в отверстия которых вставляют стеклянные или латунные трубки. Внутреннюю торцовую поверхность пробок закрывают асбестовыми прокладками; лодочки фарфоровой *10* по ГОСТ 9147—80, прокаленной в токе кислорода при рабочей температуре. Лодочку хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не должен покрываться смазывающими веществами; стеклянного крана *11*; стеклянной трубки с шарообразным расширением *12*; холодильника *13*; двухходового крана *14*; одноходового крана *15*; газоизмерительной бюретки (эвдиометра) *16*; термометра *17*; поглотительного сосуда *18*; уравнительной склянки *19*»;

дополнить абзацами (после первого): «Весы лабораторные 2-го класса.

Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали длиной 500—600 мм диаметром 3—5 мм.

Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583—78».

Пункт 3.2. Третий абзац. Заменить значение: 1300—1350 °С на 1350—1380 °С.

Пункт 3.3.1. Второй абзац. Заменить слова: «по 0,35 г олова, железного порошка и меди» на «плавень».

Раздел 4. Наименование изложить в новой редакции: **«4. Обработка результатов».**

Пункт 4.1 исключить.

Пункт 4.2. Исключить слова: «при определении газообъемным методом».

Пункт 4.3 и таблицу 2 изложить в новой редакции: «Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли углерода приведены в табл. 2.

(Продолжение см. с. 44)

Таблица 2

Массовая доля общего углерода, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений $d_а$	трех параллельных определений $d_а$	результатов анализа стандартного образца и аттестованного δ значения
От 0,01 до 0,02 включ.	0,006	0,008	0,006	0,008	0,004
Св. 0,02 » 0,05 »	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
» 0,05 » 0,1 »	0,019	0,024	0,020	0,024	0,013
» 0,1 » 0,2 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,07	0,08	0,07	0,08	0,04
» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,12	0,10	0,12	0,06

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Кулонометрический метод

Метод основан на сжигании навески руды или концентрата в токе кислорода при температуре 1350—1380 °С в присутствии плавня.

Образовавшаяся двуокись углерода поступает в ячейку, содержащую поглотительный раствор с заданным значением pH, что приводит к изменению кислотности раствора и ЭДС индикаторной системы pH-метра Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения pH поглотительного раствора, пропорциональное массовой доле углерода в пробе, фиксируется кулонометром-интегратором тока, показывающим непосредственное содержание углерода в пробе в процентах.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Экспресс-анализатор любого типа, основанный на методе кулонометрического титрования, в том числе в комплекте с автоматическими весами (корректором массы) типа АВ-7301 или КМ-7427, обеспечивающий точность анализа, установленную настоящим стандартом.

Лодочки, фарфоровые по ГОСТ 9147—80. Лодочки предварительно прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре в течение 2 мин и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом.

Трубки огнеупорные муллито-кремнеземистые длиной 650—800 мм с внутренним диаметром 18—22 мм.

Весы лабораторные 2-го класса точности.

Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали длиной 500—600 мм, диаметром 3—5 мм.

Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583—78.

Аскарит по ТУ 6—09—4128.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Стронций хлористый по ГОСТ 4140—74.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4206—75.

Марганца (IV) окись по ГОСТ 4470—79

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Натрий тетраборнокислый 10-водный (бура) по ГОСТ 4199—76.

Гидропирит.

Растворы поглотительный и вспомогательный в соответствии с типом используемой установки.

Плавень:

Олово металлическое (в палочках) по ТУ 6—09—2705 в виде стружки.

Железо карбонильное по НТД, утвержденной в установленном порядке.

(Продолжение см. с. 45)

Допускается применять другие плавни.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Прибор приводят в рабочее состояние согласно инструкции по эксплуатации анализатора.

5.2.2 Градуировку экспресс-анализатора проводят по стандартным образцам сталей типа углеродистой. Результаты анализа применяют для корректировки настройки прибора.

5.2.3. Навеску хромовой руды или концентрата (см табл. 3) помещают в фарфоровую лодочку и покрывают навеской плавня.

Таблица 3

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
Св. 0,01 до 0,5	0,5
» 0,5 » 1,0	0,25
» 1,0 » 5,0	0,1

Лодочку с навеской пробы и плавнем при помощи крючка вводят в наиболее нагретую часть муллито-кремнеземистой трубки и закрывают затвор. Устанавливают показания цифрового табло анализатора на «0».

В процессе сжигания пробы поглотительный раствор закисляется и стрелка pH-метра отклоняется вправо от исходного положения. Автоматически включается ток титрования, а на табло осуществляется непрерывный отсчет показаний.

(Продолжение см. с. 46)

Анализ считают законченным, когда стрелка pH-метра возвращается в исходное положение, а показания цифрового табло не изменяются или изменяются на величину холостого счета прибора. Открывают затвор и извлекают лодочку из трубки при помощи крючка.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю углерода (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m(a-a_1)}{m_1},$$

где m — масса навески, по которой отградуирован прибор, г;

a — массовая доля углерода, полученная при сжигании навески анализируемой пробы, %;

a_1 — массовая доля углерода, полученная при анализе контрольного опыта, %;

m_1 — масса анализируемой навески, г.

Примечания:

1. При использовании анализатора в комплекте с автоматическими весами формула приобретает вид

$$X_2 = a - a_1.$$

2. При полностью автоматизированном анализе на цифровом табло анализатора указывается непосредственно результат анализа.

5.3.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли углерода приведены в табл. 2».

(ИУС № 4 1991 г.)

gost.e-ecolog.ru