УДК 622.341.2/.349 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Методы определения диоксида углерода

Bauxite. Methods for the determination of carbon dioxide

ГОСТ 14657.9—82 (СТ СЭВ 2906—81)

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.01.84 до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает газоволюметрический и объемный методы определения диоксида углерода при содержании его от 0,1 до 15%.

При возникновении разногласий определение диоксида углерода производят газоволюметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. ГАЗОВОЛЮМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на разложении карбонатов, содержащихся в боксите, соляной кислотой и измерении объема выделившегося диоксида углерода.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Газоволюметр (черт. 1).

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 400°С.

Барометр по ГОСТ 8.431—81.

Термометр лабораторный по ГОСТ 27544—87.

Известь натронная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

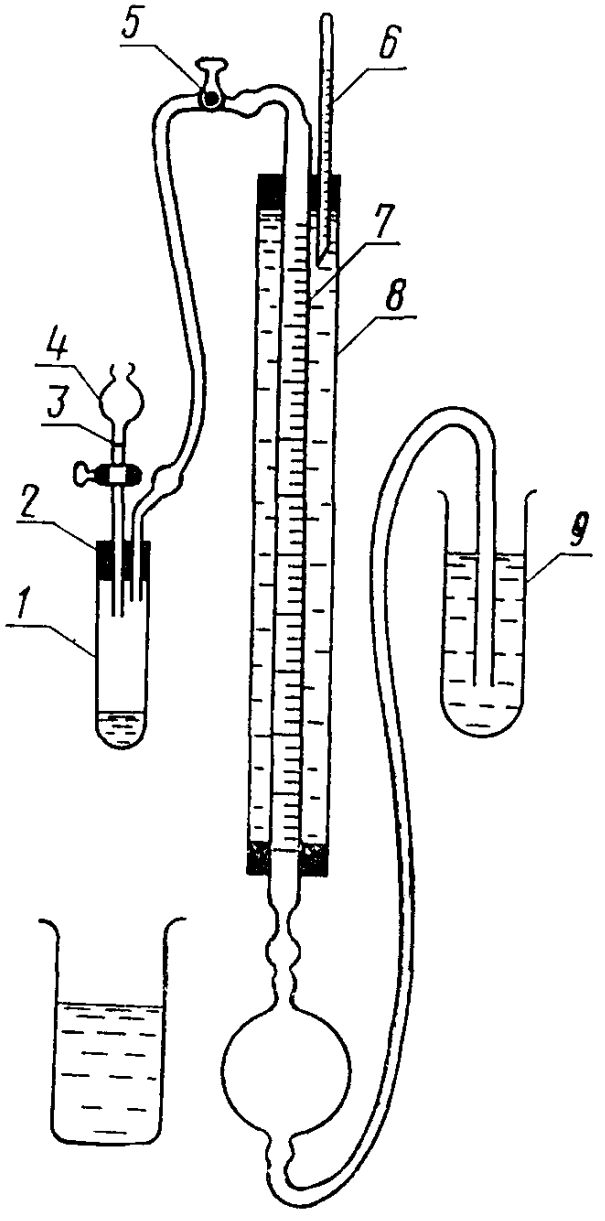
Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), спиртовой раствор с массовой долей 0,1%.



1—реакционная пробирка; *2*—резиновая пробка с отводной трубкой и капельной воронкой; *3*—метка на капельной воронке; *4*—капельная воронка; *5*—трехходовой кран; *6*—термометр; *7*—газосборная бюретка; *8*—водяная рубашка; *9*—уравнительная склянка.

Черт. 1

Раствор для заполнения газосборной бюретки; готовят следующим образом: к раствору ортофосфорной кислоты добавляют индикатор метиловый оранжевый до ярко-розовой окраски.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Стандартный раствор углекислого натрия; готовят следующим образом: 9,4600 г предварительно прокаленного при 400°С в течение 1 ч углекислого натрия помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в воде. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают, стандартный раствор хранят в бутыли, закрытой пробкой с хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,00785 г диоксида углерода, которая в газообразном состоянии при нормальных условиях занимает объем 4 см³.

Для приготовления стандартного раствора углекислого натрия используют свежепрокипяченную дистиллированную воду.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску боксита массой 0,1—2 г (в зависимости от содержания двуокиси углерода) помещают в реакционную пробирку *1* (см. черт. 1), закрывают пробкой *2* и наливают в капельную воронку *4* раствор соляной кислоты до метки *3*. Пробирку помещают в водяную баню с водой, температура которой одинакова с температурой воды в рубашке *8* газоволюметра. Трехходовым краном *5* соединяют систему с атмосферным воздухом и при помощи уравнительной склянки *9* устанавливают затворную жидкость в газосборной бюретке *7* на нулевое деление. Поворотом крана *5* отсоединяют систему от атмосферного воздуха, опускают уравнительную склянку и через 5—10 мин снова поднимают ее до первоначального положения. Если уровень затворной жидкости в газосборной бюретке остается на нулевом делении, то система считается герметичной. Опускают уравнительную склянку, отмеряют 10 см³ раствора соляной кислоты в капельную воронку и, открывая кран капельной воронки, постепенно вливают раствор соляной кислоты в реакционную пробирку. Закрывают кран капельной воронки в тот момент, когда мениск раствора соляной кислоты дойдет до метки. Помещают реакционную пробирку в водяную баню с кипящей водой и нагревают 10 мин при периодическом встряхивании.

Реакционную пробирку охлаждают в водяной бане, в которую помещен термометр, до температуры, которая была в начале анализа, и измеряют выделившийся объем газа. Повторяют термостатирование и измерение через каждые 5 мин до тех пор, пока объем газа не станет постоянным.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Одновременно с анализом пробы определяют объем диоксида углерода, выделившийся из стандартного раствора углекислого натрия. Пипеткой, при помощи груши, в пробирку отме-

ряют рассчитанное количество стандартного раствора, содержащего приблизительно такое же количество диоксида углерода, которое выделилось при разложении боксита. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.2.1. Объем раствора в реакционной пробирке должен быть таким, как объем раствора при анализе пробы, поэтому необходимое количество раствора соляной кислоты для разложения углекислого натрия рассчитывают по разности между количеством раствора соляной кислоты (10 см³), прибавляемой при разложении пробы боксита, и количеством стандартного раствора углекислого натрия, взятого на определение.

Допускается производить одно разложение стандартного раствора углекислого натрия и разложение нескольких проб бокситов, если температура окружающей среды не меняется более чем на 2—3°С, атмосферное давление — более чем на 5 мм рт. ст. и объемы диоксида углерода, выделившиеся при разложении пробы и стандартного раствора углекислого натрия, отличаются друг от друга не более чем на $^1/_4$.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю диоксида углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot V_4 \cdot 0{,}00785 \cdot 100}{(V_2 - V_3) \cdot m},$$

где V — объем диоксида углерода, измеренный после разложения боксита, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты, введенный в реакционную колбу для выделения из боксита диоксида углерода, см³;

V_4 — объем стандартного раствора углекислого натрия, израсходованный на определение, см³;

V_2 — объем диоксида углерода, измеренный после разложения стандартного раствора углекислого натрия, см³;

V_3 — объем раствора соляной кислоты, введенный в реакционную колбу для выделения диоксида углерода из стандартного раствора углекислого натрия, см³;

0,00785 — масса диоксида углерода, соответствующая 1 см³ стандартного раствора углекислого натрия, г/см³;

m — масса навески боксита, г.

2.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля диоксида углерода в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,10 до 0,50 включ.	0,05	0,07
Св. 0,50 до 1,50 »	0,10	0,15
» 1,50 » 3,00 »	0,15	0,20
» 3,0 » 10,0 »	0,2	0,3
» 10,0 » 15,0 »	0,3	0,4

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД

Метод основан на разложении карбонатов, содержащихся в боксите, серной кислотой, поглощении выделяющегося диоксида углерода раствором гидрооксида бария и титровании избытка раствора гидрооксида бария соляной кислотой.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппарат со всеми принадлежностями (черт. 2).

Вода, не содержащая углекислого газа; готовят следующим образом: воду кипятят в течение 20 мин, охлаждают в бутыли, закрытой пробкой с хлоркальциевой трубкой. Используют для приготовления растворов и в процессе анализа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1:4.

Спирт этиловый, ректификованный, технический по ГОСТ 18300—87.

Тимоловый синий, 0,5%-ный раствор в этиловом спирте.

Известь натронная.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Бария гидроокись по ГОСТ 4107—78.

Пентан, ч.

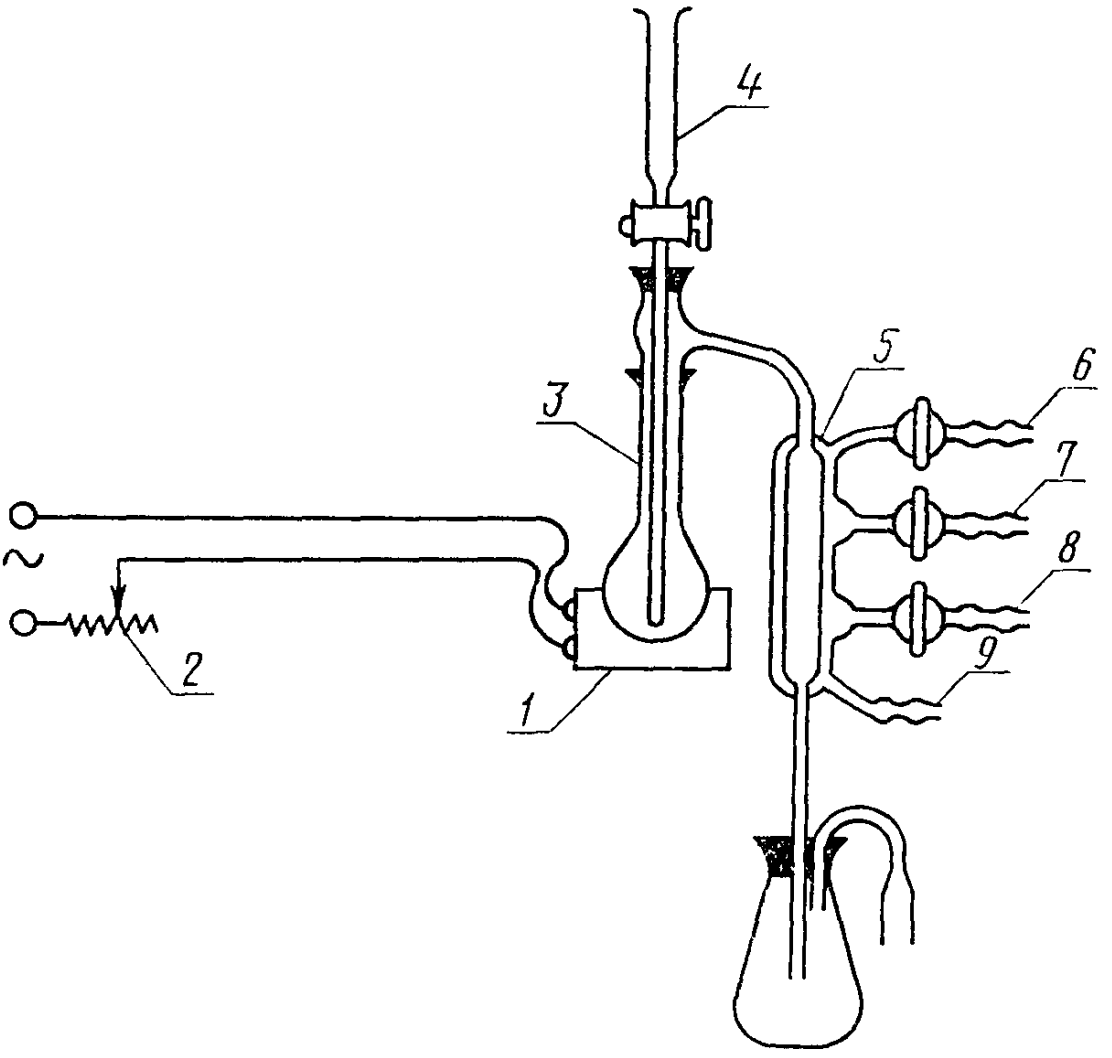
Эфир петролейный.

Раствор гидроксида бария: 53 г гидроксида бария и 100 г хлористого бария растворяют примерно в 1800 см^3 воды при слабом нагревании и быстром перемешивании. Охлажденный раствор с осадком углекислого бария отфильтровывают через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 2000 см^3. Опалесцирующий фильтрат доливают до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Бюретку заполняют примерно на 1—2 см по высоте пентаном или петролейным эфиром, затем раствором гидроксида ба-



1—нагреватель; *2*—автотрансформатор; *3*—реакционная колба; *4*—капельная воронка; *5*—холодильник; *6*—верхний кран; *7*—средний кран; *8*—нижний кран; *9*—отвод холодильника.

Черт. 2

рия. На верхний конец бюретки устанавливают небольшую трубку с натронной известью.

3.2.2. Навеску пробы массой в зависимости от массовой доли диоксида углерода согласно табл. 2 помещают в реакционную колбу, затем в колбу приливают 50 см^3 воды. Для равномерного кипения добавляют несколько стеклянных бусинок.

Отмечают уровень раствора в реакционной колбе, поддерживая его постоянным в процессе кипения. Колбу и насадку прикрепляют друг к другу за стеклянные ушки, имеющиеся на их поверхности, с помощью стальных стержней. Аппарат закрепляют в штатив в средней части холодильника *5* (см. черт. 2).

После установки аппарата трубку капельной воронки *4* заполняют водой всасыванием во избежание образования пузырьков воздуха и включают нагреватель *1*. Нагревание регулируют с по-

Таблица 2

Массовая доля диоксида углерода, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора гидроксида бария, см³
От 0,1 до 0,5 включ.	2,00	10,0
Св. 0,5 » 1,5 »	1,00	10,0
» 1,5 » 3,0 »	0,50	10,0
» 3,0 » 10,0 »	0,25	15,0
От 10,0 до 15,0 включ.	0,25	25,0

мощью лабораторного автотрансформатора *2* таким образом, чтобы поддерживалось равномерное кипение в реакционной колбе.

После обильного выделения водяного пара в отводе холодильника *9* включают водяное охлаждение. Открывают нижний кран *8* холодильника и закрывают средний и верхний краны *6* и *7*. Одновременно в коническую колбу вместимостью 200 см³ добавляют 5—10 см³ пентана или петролейного эфира и раствор гидроксида бария согласно табл. 2. Раствор со стенок колбы смывают 3—5 см³ воды и колбу закрывают корковой пробкой, в которую вставлен холодильник таким образом, чтобы трубка достигала дна колбы. В воронку, расположенную в другом отверстии корковой пробки, помещают вначале слой сухой ваты, затем смоченный в растворе гидроксида бария ватный тампон. Открывают средний кран холодильника *7* и закрывают нижний кран, при этом раствор гидроксида бария в холодильнике поднимается примерно до нижней трети высоты.

В капельную воронку приливают 10 см³ раствора серной кислоты, затем по каплям добавляют ее в реакционную колбу *3*.

Одновременно следят за уровнем раствора гидроксида бария в холодильнике, с тем чтобы пузырьки диоксида углерода не барбатировали в поглотительную колбу. При необходимости устанавливают третью ступень охлаждения, открывая кран *6* и закрывая кран *7*.

Во избежание подсоса воздуха в реакционную колбу при добавлении раствора серной кислоты в капельной воронке оставляют небольшой затворный слой раствора (примерно 1 см³).

Кипячение проводят в течение 20 мин, добавляя одновременно через капельную воронку воду для сохранения постоянного объема раствора в реакционной колбе. Затем приемную колбу опускают на 2—3 мм, закрывают краны *6* и *7* и одновременно открывают нижний кран *8*. При этом раствор гидроксида бария вытесняется из холодильника. Далее приемную колбу опускают настолько, чтобы конец отводной трубки холодильника оказался выше уровня жидкости. Кипячение продолжают еще 1 мин для того, чтобы промыть холодильник.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.3. К раствору в приемной колбе добавляют 10 капель индикатора тимолового синего и титруют медленно раствором соляной кислоты до образования зеленого окрашивания. При титровании содержимое колбы многократно интенсивно встряхивают, закрывая ее пробкой.

3.2.4. Одновременно с анализом пробы определяют объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование раствора гидроокиси бария.

В коническую колбу вместимостью 200 см^3 добавляют примерно 10 см^3 пентана или петролейного эфира, раствора гидроксида бария согласно табл. 2, затем доливают водой до объема, соответствующего объему при определении массовой доли диоксида углерода в пробе. В колбу добавляют 10 капель индикатора тимолового синего и титруют раствором соляной кислоты согласно п. 3.2.3.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю диоксида углерода (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot 0{,}0022}{m} \cdot 100,$$

где V_0 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора гидроксида бария, см^3;

V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора гидроксида бария после поглощения диоксида углерода, см^3;

0,0022 — масса диоксида углерода, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

3.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 сентября 1982 г. № 3702**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2906—81**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14657.9—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.431—81	2.1
ГОСТ 83—79	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4107—78	3.1
ГОСТ 4108—72	3.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 6552—80	2.1
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 18300—87	2.1, 3.1
ГОСТ 24104—80	2.1
ГОСТ 27544—87	2.1

6. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2905**

7. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru