ГОСТ 14657.9—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения диоксида углерода

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.9—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.9—78

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения диоксида углерода

Bauxite. Methods for determination of carbon dioxide content

Дата введения 1999—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает газоволюметрический и титриметрический методы определения диоксида углерода при массовой доле от 0,1 % до 15 %.

При возникновении разногласий определение проводят газоволюметрическим методом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4107—78 Бария гидроокись 8-водная. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Бария хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Газоволюметрический метод

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

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Газоволюметр (рисунок 1).

Пробирка реакционная П2Т-31-ТС по ГОСТ 25336.

Барометр.

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

Термометр лабораторный.

Известь натронная.

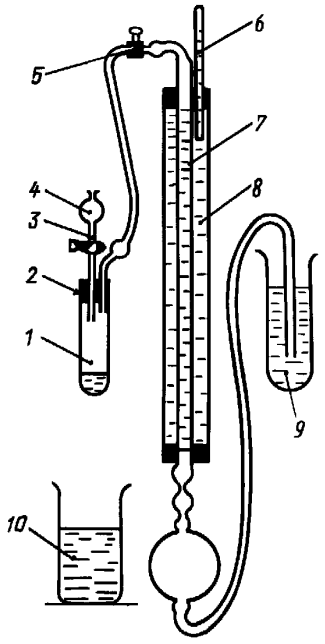
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 20 %.

Издание официальное



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; *10* — водяная баня

Рисунок 1 — Газоволюметр

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

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

Растворы для заполнения газосборной бюретки: раствор ортофосфорной кислоты, окрашенный метиловым оранжевым до ярко-розовой окраски, или раствор хлорида натрия с массовой долей 20 %, подкисленный серной кислотой и окрашенный метиловым оранжевым.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Стандартный раствор углекислого натрия: 9,4600 г предварительно прокаленного при температуре 400 °С 1 ч углекислого натрия помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в воде. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор хранят в бутыли, закрытой пробкой с хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью.

1 см^3 стандартного раствора содержит 0,00785 г диоксида углерода, который в газообразном состоянии при нормальных условиях занимает объем 4 см^3.

Для приготовления стандартного раствора углекислого натрия используют свежепрокипяченную дистиллированную воду.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 Навеску боксита массой 0,1—2 г (в зависимости от массовой доли диоксида углерода) помещают в реакционную пробирку (рисунок 1), закрывают пробкой и наливают в капельную воронку раствор соляной кислоты до метки. Пробирку помещают в водяную баню, температура воды в которой одинакова с температурой воды в рубашке газоволюметра. Трехходовым краном соединяют систему с атмосферным воздухом и с помощью уравнительной склянки устанавливают затворную жидкость в газосборной бюретке на нулевое деление. Поворотом крана 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 останется на нулевом делении, то система считается герметичной. Опускают уравнительную склянку, отмеряют 10 см^3 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 сначала охлаждают в стаканах с водой комнатной температуры, а затем в водяной бане с термометром до температуры, которая была в начале анализа, хорошо встряхивают до полного насыщения соляной кислоты углекислым газом и измеряют объем выделившегося газа. Повторяют термостатирование и измерение через каждые 5 мин до тех пор, пока объем не станет постоянным.

4.2.2 Одновременно с анализом пробы определяют объем диоксида углерода, выделившегося из стандартного раствора углекислого натрия. Пипеткой, с помощью груши в пробирку отмеряют рассчитанное количество стандартного раствора, содержащего приблизительно такое же количество диоксида углерода, которое выделилось при разложении боксита. Далее анализ проводят, как указано в 4.2.1. 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 объемов раствора соляной кислоты (10 см^3), прибавляемой при разложении пробы боксита и стандартного раствора углекислого натрия, взятого на определение.

Допускается проводить одно разложение стандартного раствора углекислого натрия и разложение нескольких проб боксита, 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 $^1/_4$.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю диоксида углерода X, %, 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, см^3;

V_1 — объем раствора соляной кислоты, введенный в реакционную колбу для выделения из боксита диоксида углерода, см^3;

V_4 — объем стандартного раствора углекислого натрия, израсходованного на определение, см^3;

0,00785 — массовая концентрация углекислого натрия, выраженная в граммах диоксида углерода, г/см^3;

V_2 — объем диоксида углерода, измеренный после разложения стандартного раствора углекислого натрия, см^3;

V_3 — объем раствора соляной кислоты, введенный в реакционную колбу для выделения диоксида углерода из стандартного раствора углекислого натрия, см^3;

m — масса навески боксита, г.

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака при массовой доле диоксида углерода от 0,10 % до 3,00 % включительно, рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака при массовой доле диоксида углерода свыше 3,00 %.

4.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать значения, указанного в таблице 1.

Таблица 1

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

5 Титриметрический метод

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

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения диоксида углерода (рисунок 2).

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 0,1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:4.

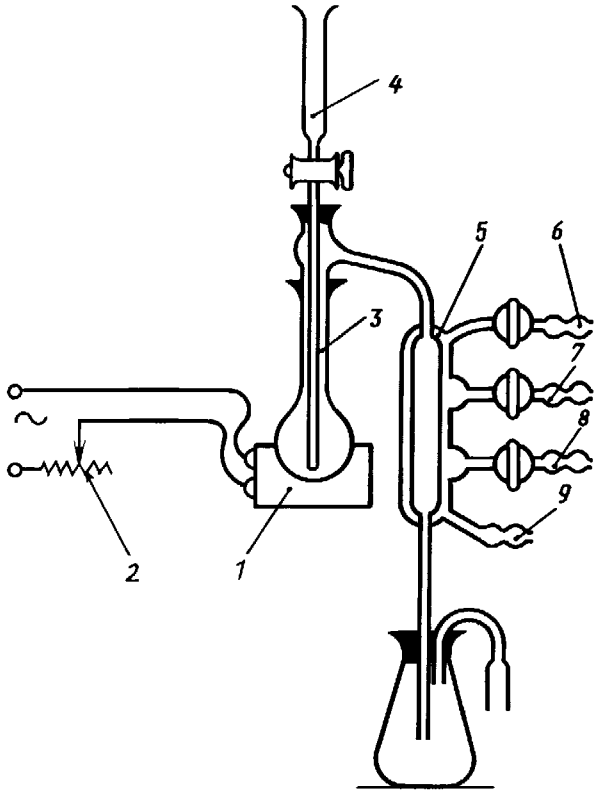
Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Тимоловый синий, раствор с массовой долей 0,5 % в этиловом спирте.

Известь натронная.

Бария хлорид по ГОСТ 4108.

Бария гидроксид по ГОСТ 4107.



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

Рисунок 2 — Установка для определения диоксида углерода

Пентан, ч.

Эфир петролейный.

Раствор гидроксида бария: 53 г гидроксида бария и 100 г хлорида 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 водой до метки и перемешивают.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 Бюретку заполняют примерно на 1—2 см по высоте пентаном или петролейным эфиром, затем раствором гидроксида бария. На верхний конец бюретки устанавливают небольшую трубку с натронной известью.

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

Отмечают уровень растворов 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 (рисунок 2).

Таблица 2

Массовая доля диоксида углерода,%	Масса навески пробы,г	Объем раствора гидроксида бария,см^3
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
» 10,0 » 15,0 »	0,25	25,0

После установки аппарата трубку капельной воронки заполняют водой всасыванием во избежание образования пузырьков воздуха и включают нагреватель. Нагревание регулируют с помощью лабораторного автотрансформатора так, чтобы поддерживалось равномерное кипение в реакционной колбе.

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

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

5.2.4 Одновременно следят за уровнем раствора гидроксида бария в холодильнике с тем, чтобы пузырьки диоксида углерода не барбатировали в поглотительную колбу. При необходимости устанавливают третью степень охлаждения, открывая верхний кран и закрывая средний кран.

Во избежание подсоса воздуха в реакционную колбу при добавлении раствора серной кислоты в капельной воронке оставляют небольшой затворный слой раствора (примерно 1 см^3).

Кипячение проводят 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 верхний и средний краны и одновременно открывают нижний кран. 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.

5.2.5 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.

5.2.6 Одновременно с анализом пробы определяют объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование раствора гидроксида бария.

В коническую колбу вместимостью 200 см^3 добавляют примерно 10 см^3 пентана или петролейного эфира, растворов гидроксида бария согласно таблице 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 5.2.5.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю диоксида углерода X_1, %, 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 — массовая концентрация (титр) 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, выраженный в граммах диоксида углерода, г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа — по 4.3.3.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, диоксид углерода

gost.e-ecolog.ru