

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; мегаллического 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, газонмерительной 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

Таблица 2

Массовая доля общего углерода, %	Погрешность результатов анализа Δ , %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k	двух параллельных определений d_1	трех параллельных определений d_2	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 электролита, 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

жарит по ТУ 6—09—4128

алий хлористый по ГОСТ 4234—77

гронций хлористый по ГОСТ 4140—74

алий железистосинеродистый по ГОСТ 4206—75

арганца (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.

52. 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 рН-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 рН-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.)