

ГРАФИТ

Метод определения хлор-ионов
в водной вытяжке

Graphite. Method for
determination of chlorine
ions in water extract

ГОСТ
17818.18—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает объемный метод определения хлор-ионов в водной вытяжке.

Сущность метода заключается в меркуриметрическом титровании хлор-ионов в водной вытяжке графита с индикатором дифенилкарбазоном при pH 2,5.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 4.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор концентрации 0,02 моль/дм³, приготовленный следующим образом: 1,1689 г хлористого натрия, высушенного при 105 °С, растворяют в дистиллированной воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Дифенилкарбазон, спиртовой раствор концентрации 0,5 г/100 см³.

Ртуть азотнокислая (II) по ГОСТ 4520, раствор концентрации 0,01 моль/дм³, приготовленный следующим образом: 3,248 г реактива растворяют в небольшом количестве воды, прибавляя 1 см³ концентрированной азотной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до мет-

ки и перемешивают. Раствор годен к употреблению через 1—2 суток, хранят его в темной склянке. Массовую концентрацию раствора азотнокислой ртути устанавливают по раствору хлористого натрия. Для этого отбирают пипеткой 2 см³ раствора хлористого натрия в коническую колбу вместимостью 250 см³, доливают до 100 см³ дистиллированной водой, прибавляют 0,3 см³ раствора дифенилкарбазона, затем по каплям 1 см³ разбавленной 1:4 азотной кислоты до желтой окраски раствора (рН 2,5) и титруют раствором азотнокислой ртути до перехода окраски из желтой в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора азотнокислой ртути (С) в г/см³ хлор-иона вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 0,000709}{V_1},$$

где V — объем раствора хлористого натрия, взятый на титрование, см³;

0,000709 — массовая концентрация раствора хлористого натрия, выраженная в г/см³ хлор-иона;

V₁ — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску графита массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ воды и кипятят 20 мин. Затем фильтруют через неплотный фильтр в коническую колбу вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре промывают 6—7 раз горячей водой и отбрасывают. Фильтрат охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 0,3 см³ раствора дифенилкарбазона, 0,8 см³ разбавленной 1:4 азотной кислоты и титруют раствором азотнокислой ртути до перехода желтой окраски в фиолетовую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю хлор-ионов (X_{Cl}) в водной вытяжке в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Cl} = \frac{(V - V_1) \cdot C \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см³;

V₁ — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

C — массовая концентрация раствора азотнокислой ртути, вычисленная по хлор-иону, г/см³;

m — масса навески графита, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,005% при массовой доле хлор-иона в водной вытяжке до 0,1%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Концерном «Союзминерал»
РАЗРАБОТЧИКИИ. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы),
А. М. Набойщикова2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением
Государственного комитета СССР по управлению качеством
продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10273—79, разд. 4, п. 4.3

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-
ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4520—78	2
ГОСТ 17818.0—90	1
ГОСТ 18300—87	2

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 17818.0—90	Графит. Общие требования к методам анализа . . .	1
ГОСТ 17818.1—90	Графит. Метод определения влаги	4
ГОСТ 17818.2—90	Графит. Метод определения гранулометрического состава	7
ГОСТ 17818.3—90	Графит. Метод определения выхода летучих веществ	10
ГОСТ 17818.4—90	Графит. Метод определения зольности	13
ГОСТ 17818.5—90	Графит. Методы определения железа	16
ГОСТ 17818.6—90	Графит. Метод определения концентрации водородных ионов (рН) водной суспензии и водной вытяжки	23
ГОСТ 17818.7—90	Графит. Метод определения дисперсного состава	25
ГОСТ 17818.8—90	Графит. Метод определения плотности	31
ГОСТ 17818.9—90	Графит. Метод определения оксида кремния	31
ГОСТ 17818.10—90	Графит. Методы определения меди	33
ГОСТ 17818.11—90	Графит. Метод определения кобальта	41
ГОСТ 17818.12—90	Графит. Метод определения никеля	48
ГОСТ 17818.13—90	Графит. Метод определения свинца	52
ГОСТ 17818.14—90	Графит. Метод определения мышьяка	55
ГОСТ 17818.15—90	Графит. Метод спектрального анализа	61
ГОСТ 17818.16—90	Графит. Метод определения фосфора	68
ГОСТ 17818.17—90	Графит. Метод определения серы	72
ГОСТ 17818.18—90	Графит. Метод определения хлор-ионов в водной вытяжке	76

Редактор *Н. Е. Шестакова*
 Технический редактор *В. Н. Прусакова*
 Корректор *А. М. Трофимова*

Сдано в наб. 25.04.90. Подп. в печ. 20.01.90. 5,0 усл. п. л. 5,13 усл. кр. отт. 4,22 уч.-изд. л.
 Тир. 7000 Цена 45 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
 Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1876