

# БОКСИТ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА УГЛЕРОДА

Издание официальное



БЗ 1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
М и н с к

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—96 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика Республика Белоруссия Республика Казахстан Российская Федерация Туркменистан Украина	Азгосстандарт Госстандарт Белоруссии Госстандарт Республики Казахстан Госстандарт России Главная государственная инспекция Туркменистана 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

© ИПК Издательство стандартов, 1998

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

**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 газовольюметрический и титриметрический методы определения диоксида углерода при массовой доле от 0,1 до 15 %.

При возникновении разногласий определение проводят газовольюметрическим 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 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 А п п а р а т у р а ,   р е а к т и в ы   и   р а с т в о р ы**

Газовольюметр (рисунок 1).

Пробирка реакционная П2Т-31-ТС по ГОСТ 25336.

Барометр.

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

Термометр лабораторный.

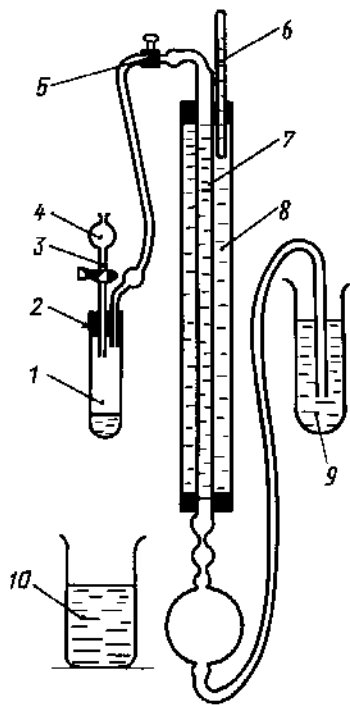
Известь натронная.

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 %.



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 — уравнивательная склянка; 10 — водяная баня

Рисунок 1 — Газоволюметр

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 уравнивательной склянки устанавливают затворную жидкость в газосборной бюретке на нулевое деление. Поворотом крана отсоединяют систему от атмосферного воздуха, опускают уравнивательную 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 уравнивательную склянку, отмеряют 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>), прибавляемой при разложении пробы боксита и стандартного раствора углекислого натрия, взятого на определение.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Метилоранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый 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<sup>3</sup> и растворяют в воде. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> доливают водой до метки и перемешивают.

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

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

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