

## РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

## Методы определения содержания общего углерода

Chromium ores and concentrates.  
Methods for determination of total carbon content

ГОСТ  
15848.4-70

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 10/IV 1970 г. № 482 срок введения установлен с 1/1 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает потенциметрический метод определения содержания углерода (при содержании от 0,01 до 0,1%) и газообъемный метод определения содержания углерода (при содержании свыше 0,1 до 5%).

Применение методов предусматривается в стандартах и технических условиях на хромовые руды и концентраты, устанавливающих технические требования на них.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения содержания общего углерода — по ГОСТ 15848.0—70.

## 2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на прокаливании навески хромовой руды или концентрата в токе кислорода при 1300—1350°C в присутствии плавня, состоящего из смеси железа, окиси меди и олова. Выделяющаяся двуокись углерода поглощается слабощелочным раствором, содержащим хлористый барий, пергидроль, этиловый спирт и небольшое количество гидроокиси бария. Конец реакции фиксируется потенциметрически.

## 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для потенциметрического определения содержания углерода (черт. 1).

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, раствор 200 г/л.

Калий марганцовоокислый по ГОСТ 4527—65, раствор; готовят следующим образом: 20 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 мл раствора едкого кали.

Известь натронная по ГОСТ 4455—48.

Кальций хлористый плавленный по ГОСТ 4460—66.

Аскарит.

Калий двухромовоокислый по ГОСТ 4220—65, раствор 150 г/л серной кислоты.

Вата стеклянная по ГОСТ 5174—49.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—64, раствор 30 г/л.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—65.

Спирт этиловый гидролизный ректифицированный.

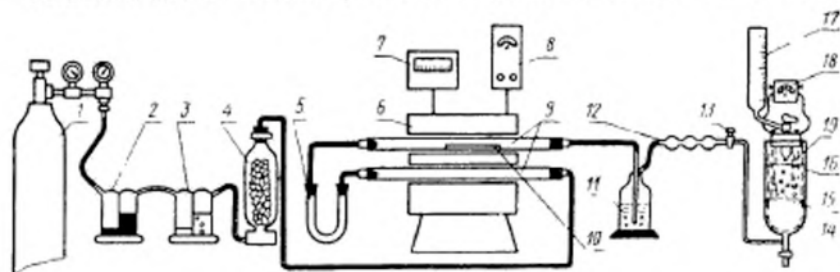
Раствор для поглощения двуокиси углерода; готовят следующим образом: 10 г хлористого бария растворяют в 1000 мл воды, приливают 5 мл этилового спирта и 5 мл раствора перекиси водорода.

Плавни: олово по ГОСТ 860—60 марки О1 в виде мелкой стружки; медь по ГОСТ 859—66 марки М0 или М1 в виде мелкой стружки, прокаленной при 550—600°C в течение 5—6 ч; железный порошок карбонильный рафинированный.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107—69, титрованный раствор: готовят следующим образом: 15 г хлористого бария и 6 г едкого натра растворяют в 5000 мл воды, предварительно прокипяченной в течение 2 ч и охлажденной. Раствор оставляют на 7—10 суток в колбе, закрытой пробкой. Затем раствор декантируют в другой сосуд, который закрывают пробкой, с трубкой, заполненной натральной известью.

Установка состоит из следующих элементов: баллона с кислородом 1, снабженного редуктором; склянок Тищенко 2 и 3; колбы

Установка для потенциметрического определения содержания углерода



Черт. 1

лонки Фрезениуса 4; U-образной трубки 5; двухтрубчатой горизонтальной печи с силитовыми нагревателями 6; обеспечивающими нагрев до 1300—1350°C. Печь заключена в металлический кожух, в который подается холодная вода; терморегулятора с платино-платинородиевой термопарой 7; регулятора напряжения 8; двух фарфоровых трубок 9 длиной 650—700 мм, внутренним диаметром 18—20 мм. Концы трубок, выступающие наружу из печи, должны иметь длину не менее 160 мм. Трубки с обоих концов закрывают хорошо подогнанными резиновыми пробками, в отверстия которых вставляют стеклянные или латунные трубки. Во избежание обгорания резиновых пробок внутреннюю торцовую поверхность их закрывают асбестовыми прокладками; лодочки фарфоровой 10, прокаленной при 1000—1050°C в течение 5—6 ч; склянки Дрекслея 11; трубки с шарообразным расширением 12; одноходового крана 13; сосуда для титрования 14 диаметром 50 мм, снабженного перегородкой 15 из пористой пластинки; каломельного электрода 16; микробюретки 17; милливольтмикроамперметра 18; платинового электрода 19.

## 2.2. Подготовка к анализу

Склянку Тищенко 2 заполняют на  $\frac{1}{6}$  объема раствором марганцовокислого калия, склянку Тищенко 3 — на  $\frac{1}{6}$  объема серной кислотой. В колонку Фрезениуса помещают тампон из стеклянной ваты, нижнюю половину колонки заполняют хлористым кальцием, а верхнюю половину — натронной известью, которую покрывают слоем стеклянной ваты.

U-образную трубку заполняют аскаритом. Склянку Дрекслея на  $\frac{1}{6}$  объема заполняют раствором двуххромовокислого калия. Трубку с шарообразными расширениями заполняют стеклянной ватой. Сосуд для титрования промывают дистиллированной водой, наливают в него 100 мл раствора для поглощения двуокиси углерода и погружают в раствор электроды на глубину 20—25 мм. Электроды присоединяют к милливольтмикроамперметру. В кожух печи пускают воду. Печь нагревают до 1300—1350°C. Температуру печи поддерживают постоянной при помощи терморегулятора и регулятора напряжения.

Соединяют все части установки, открывают одноходовой кран, пропускают кислород со скоростью 4—5 пузырьков в секунду и, закрыв этот кран, проверяют установку на герметичность. Установка считается герметичной, если не наблюдается прохождение пузырьков кислорода через склянки Тищенко и склянку Дрекслея.

Перед началом работы через установку пропускают кислород со скоростью 4—5 пузырьков в секунду в течение 5—7 мин; при этом стрелка милливольтмикроамперметра отклоняется вправо. В раствор для поглощения двуокиси углерода приливают титровочный раствор гидрата окиси бария до pH 8 (проверяют pH по универсальной индикаторной бумаге).

Пропускают кислород еще 2—3 мин и фиксируют положение стрелки милливольтмикроамперметра.

Перед проведением анализа лодочки дополнительно прокаливают в токе кислорода в течение 4—5 мин при 1300—1350°C. Прокаленные лодочки хранят в эксикаторе, шлиф крышки которого не должен покрываться смазывающими веществами.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску хромовой руды или концентрата 1 г помещают в заранее прокаленную лодочку и равномерным слоем насыпают по 0,35 г металлического олова, железного порошка и меди. Закрывают одноходовой кран. Лодочку с навеской и плавнем помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки. Трубку немедленно закрывают пробкой. Через 40—50 сек осторожно открывают одноходовой кран и наблюдают за положением стрелки милливольтмикроамперметра. По мере прокаливания навески стрелка отклоняется вправо. Добавлением раствора гидрата окиси бария стрелку постепенно возвращают в первоначальное положение.

В конце титрования раствор гидрата окиси бария прибавляют осторожно, по каплям. Титрование считается законченным, когда стрелка милливольтмикроамперметра не отклоняется от первоначального положения в течение 1 мин.

Для определения поправки контрольного опыта сжигают три параллельные навески плавня.

В конце рабочей смены из сосуда для титрования выливают раствор и наполняют сосуд разбавленной 1:1 соляной кислотой.

2.3.2. Установка титра раствора гидрата окиси бария

Титр раствора гидрата окиси бария устанавливают по стандартному образцу хромовой руды или концентрата, проведенному через все стадии анализа, как указано в п. 2.3.

Титр раствора гидрата окиси бария ( $T$ ), выраженный в граммах углерода, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{c \cdot G}{V \cdot 100},$$

где:

$c$  — содержание углерода в стандартном образце в %;

$G$  — навеска стандартного образца в г;

$V$  — объем раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование углерода, в мл.

### 3. ГАЗООБЪЕМНЫЙ МЕТОД

Метод основан на прокаливании навески руды или концентрата в токе кислорода при 1300—1350°C с последующим поглощением образовавшейся двуокиси углерода раствором едкого кали.