

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, графит содержащих 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 °C, растворяют в дистиллированной воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300.

Дифенилкарбазон, спиртовый 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 реагента 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 (C) 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;

V_1 — 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

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

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

V_1 — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

С. 3 ГОСТ 17818.18—90

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%.