

**Изменение № 1 ГОСТ 23581.9—79 Руды железные, концентраты и агломераты.
Методы определения содержания углерода**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85
№ 2136 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания углерода»

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods of the determination of carbon content».

Вводную часть изложить в новой редакции. «Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает газообъемный метод определения углерода при массовой доле его от 0,01 до 12 % и кулонометрический метод — при массовой доле его от 0,005 до 12 %».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 1224—78 на ГОСТ 23581.0—80.

Пункты 2.3.1, 4.3.1, 4.4.2. Таблицы 1—3. Графа «Массовая доля углерода, %». Заменить значение: 10 на 12.

Пункт 4.1.1. Второй абзац. Заменить значения: «от 0,005 до 0,2» на «от 0,005 до 0,1», «от 0,1 до 10 %» на «от 0,03 до 12 %»;

чертеж 3. Подрисуночная подпись. Позиции 15, 17 изложить в новой редакции: «15 — катодный отсек датчика, заполненный поглотительным раствором;

17 — анодный отсек датчика, заполненный вспомогательным раствором».

Пункт 4.2.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Градуировку проводят по стандартным образцам углеродистых сталей».

Пункт 4.3.2. Таблица 2. Графа «Массовая доля углерода, %». Заменить значение: 0,2 на 0,1

Пункт 4.4.2. Исключить слово: «параллельных».

Стандарт дополнить разделом — 5:

**«5. Кулонометрический метод определения содержания
карбонатного углерода**

Метод основан на разложении навески в концентрированной фосфорной кислоте, выделении при разложении углекислого газа и последующем поглощении его слабощелочным раствором хлористого стронция (рН=10,5). Количество поглощенного углекислого газа пропорционально количеству электричества, затраченному на автоматическое кулонометрическое титрование поглотительного раствора до первоначального значения рН.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

5.1.1. Для проведения анализа применяют:

экспресс-анализатор типа АН-7560 (АН-160) для определения массовой доли углерода от 0,005 до 0,1 % и АН-7529 (АН-29) — для определения массовой доли углерода от 0,03 до 12 %;

установку для кулонометрического определения содержания карбонатного углерода (черт. 4);

аскарит;

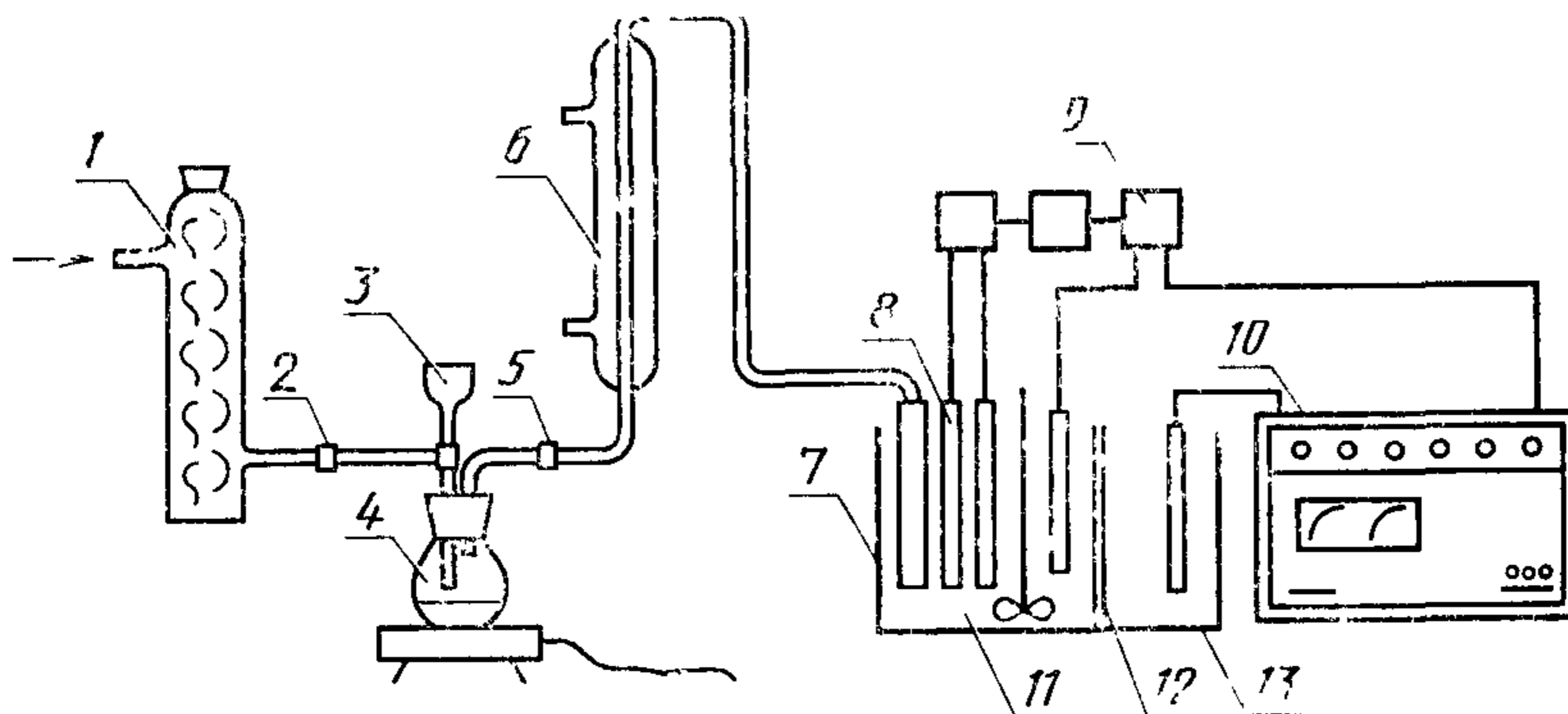
водорода перекись по ГОСТ 10929—76;

железо карбонильное (99,99 %);

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 5 г/дм³;

Схема установки для кулонометрического определения содержания карбонатного углерода

(Продолжение см. с. 56)



1—колонка для очистки кислорода, заполненная аскаритом, 2—кран; 3—воронка с краном; 4—колба для разложения навески; 5—двухходовой кран; 6—холодильник; 7—датчик экспресс-анализатора; 8—электродная пара рН-метра; 9—авторегулирующее устройство кулонометрического титрования; 10—цифровое табло интегратора тока, фиксирующее процентное содержание углерода при навеске образца массой 0,5 г; 11—катодный отсек датчика, заполненный поглотительным раствором; 12—целлофановая перегородка между отсеками датчика; 13—анодный отсек, заполненный вспомогательным раствором

Черт. 4

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, перед применением кислоту медленно нагревают до 200 °С и затем охлаждают;

кислоту ортофосфорную, содержащую фосфат двухвалентного железа: 1 г карбонильного железа растворяют при слабом нагревании в 100 см³ ортофосфорной кислоты;

кислоту ортофосфорную, содержащую фосфат трехвалентного железа: 1—2 г карбонильного железа растворяют при слабом нагревании в 100 см³ ортофосфорной кислоты, прибавляют 1—2 см³ перекиси водорода, перемешивают и прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой слабо-розовой окраски;

кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583—78;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, прокипяченная для удаления углекислого газа в течение 1,5—2 ч;

пленку целлофановую размером 50×50 см;

калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207—75;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

стронций тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76;

кислоту борную по ГОСТ 9656—75;

растворы для экспресс-анализатора типа АН-7529 (АН-29): поглотительный раствор: 100 г хлористого калия, 100 г хлористого стронция и 1 г борной кислоты растворяют в 1 дм³ воды и перемешивают;

вспомогательный раствор: 100 г хлористого калия, 100 г железистосинеродистого калия и 1 г борной кислоты растворяют в 1 дм³ воды и перемешивают;

растворы для экспресс-анализатора типа АН-7560 (АН-160):

поглотительный раствор: 50 г хлористого калия, 50 г хлористого стронция растворяют в 1 дм³ воды и перемешивают;

вспомогательный раствор: 50 г хлористого калия, 50 г железистосинеродистого калия, 1 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды и перемешивают.

(Продолжение см с 57)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.9—79)

5.2 Аппаратуру готовят к анализу согласно инструкции прилагаемой к прибору.

5.3 Проведение анализа

5.3.1. Масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша в зависимости от содержания углерода указана в табл. 2.

5.3.2. Навеску помещают в сухую реакционную колбу 4 и плотно закрывают пробкой с вставленной в нее воронкой с краном 3. В воронку наливают 15—20 см³ ортофосфорной кислоты.

При наличии в руде, концентрате, агломерате или окатыше углерода и окислителя (двуокиси марганца) в воронку наливают ортофосфорную кислоту, содержащую фосфат двухвалентного железа.

При содержании в анализируемом материале серы более 0,2 % в воронку наливают ортофосфорную кислоту, содержащую фосфат трехвалентного железа.

Для вытеснения двуокиси углерода через установку пропускают кислород в течение 5 мин. Закрывают кран 2, кран 5 ставят в положение, соединяющее сис-

(Продолжение см с. 58)

тему с атмосферой, открывают кран воронки и приливают фосфорную кислоту в реакционную колбу. В воронке оставляют 1—2 см³ кислоты во избежание попадания воздуха в систему. При этом нажимают на кнопку сброс экспресс-анализатора. Кран 5 ставят в положение, соединяющее реакционную колбу с датчиком, нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят в течение 5—10 мин. Затем открывают кран 2 и пропускают кислород в течение 2—3 мин до тех пор, пока показания цифрового табло анализатора не будут увеличиваться больше, чем на величину, соответствующую показаниям холостого счета прибора.

Для внесения поправки на содержание углерода в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю карбонатного углерода (X) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 4.4.1.

5.4.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 3».

(ИУС № 1) 1985 г.)