МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения оксида кальция и оксида магния

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

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 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.7—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.7—96

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения оксида кальция и оксида магния

Bauxite. Methods for determination of calcium oxide and magnesium oxide contents

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает методы определения оксида кальция и оксида магния:

комплексонометрический — при массовой доле оксида кальция от 0,3 % до 6 % и оксида магния от 0,2 % до 6 %;

атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида кальция от 0,25 % до 3 % и оксида магния от 0,05 % до 1 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 1381—73 Уротропин технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4146—74 Калий надсернокислый. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроксид. Технические условия

ГОСТ 4332—76 Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Магния оксид. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия

ГОСТ 7298—79 Гидроксиламин сернокислый. Технические условия

ГОСТ 8677—76 Кальция оксид. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Натрий N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б).

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 14657.2—96 (ИСО 6607—85) Боксит. Методы определения диоксида кремния

Издание официальное

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Калия гидроксид. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Комплексонометрический метод

Метод основан на разложении навески пробы боксита соляной и азотной кислотами в случае «мягких» (содержащих гиббсит и бемит) бокситов и сплавлении с углекислым калием-натрием в случае «твердых» (содержащих диаспор) бокситов, отделении мешающих элементов в виде гидроксидов и диэтилдитиокарбонатов с последующим титрованием одной части раствора трилоном Б в присутствии эриохрома черного Т для суммарного определения оксидов кальция и магния и другой части раствора в присутствии индикатора флуорексона для определения оксида кальция.

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20 %.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Калий надсернокислый по ГОСТ 4146.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрия диэтилдитиокарбонат по ГОСТ 8864.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 7298.

Триэтаноламин, ч, раствор с массовой долей 5 %.

Гексаметилентетраамин (уротропин) технический по ГОСТ 1381, раствор с массовой долей 30 %.

Буферный раствор, pH = 10: 70 г хлористого аммония растворяют в воде, затем переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 540 $см^3$ аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Тимолфталеин.

Тимолфталексон.

Эриохром черный Т.

Индикаторная смесь с эриохромом черным Т: эриохром черный Т смешивают с хлористым натрием в соотношении 1 : 100.

Нильский синий, раствор с массовой долей 0,01 %.

Индигокармин, спиртовой раствор с массовой долей 0,25 %.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Флуорексон.

Индикаторная смесь с флуорексоном № 1: 0,20 г флуорексона, 0,12 г тимолфталеина и 20 г азотнокислого калия или хлористого калия смешивают и растирают в агатовой ступке.

Индикаторная смесь с флуорексоном № 2: 0,10 г флуорексона, 0,10 г тимолфталексона и 15 г хлористого калия смешивают и растирают в агатовой ступке.

Кальция оксид по ГОСТ 8677.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Магния оксид по ГОСТ 4526.

Магний по ГОСТ 804.

Стандартный раствор кальция, раствор 0,05 моль/$дм^3$: оксид кальция помещают в платиновый тигель с крышкой, прокаливают при температуре 1000 °С 1 ч и охлаждают в эксикаторе. Взвешивают 2,8040 г оксида кальция и растворяют в 40 $см^3$ раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают или 5,0045 г углекислого кальция предварительно высушенного при температуре 100 °С до постоянной массы,

растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1. После этого раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор магния, раствор 0,05 моль/дм³: оксид магния помещают в платиновый тигель с крышкой и прокаливают при температуре 1000 °С 1 ч. Взвешивают 2,0158 г оксида магния и растворяют в 40 см³ раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают, или 1,2156 г магния помещают в стакан вместимостью 400 см³, доливают 200 см³ воды и 30 см³ раствора соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют. Раствор после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы 0,025 моль/дм³ или 0,05 моль/дм³: 9,30 или 18,61 г трилона Б растворяют в воде, содержащей примерно 0,3 г гидроксида натрия. Затем растворы подкисляют уксусной кислотой до pH 5—6, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

Поправочный коэффициент раствора трилона Б определяют одним из способов:

в стакан вместимостью 600 см³ помещают 10 или 20 см³ раствора хлористого кальция, примерно 100 см³ воды, 1—2 капли раствора нильского синего или раствора индигокармина и раствор гидроксида калия до исчезновения окраски при применении нильского синего или до желтой окраски при применении индигокармина, затем еще 3 см³ раствора гидроксида калия, pH этого раствора соответствует значению 12,5—13,5. К раствору добавляют примерно 0,3 г индикаторной смеси с флуорексоном, затем титруют 0,025 или 0,05 моль/дм³ растворами трилона Б до перехода зеленой окраски раствора в фиолетовую и гашения флуоресценции; или

в стакан вместимостью 600 см³ помещают 10 или 20 см³ раствора хлористого магния, добавляют 5 г хлористого аммония и разбавляют водой до объема 200 см³. К раствору добавляют 50 см³ аммиака, 2—6 кристалликов гидрохлорида гидроксиламина, примерно 0,5 г индикаторной смеси с эриохромом черным Т, затем титруют 0,025 или 0,05 моль/дм³ растворами трилона Б до перехода красной окраски раствора в синюю.

Поправочный коэффициент K раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V},$$

где V_1 — объем раствора хлористого кальция или хлористого магния, израсходованный на титрование, см³;

V — объем 0,025 или 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 В случае анализа «мягких» бокситов навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 10 см³ воды, 25 см³ соляной кислоты и 10 см³ азотной кислоты, затем выпаривают досуха. К сухому остатку после охлаждения добавляют 10 см³ соляной кислоты, примерно 100 см³ горячей воды и кипятят 15—20 мин.

4.2.2 В случае анализа «твердых» бокситов навеску пробы массой 2 г помещают в платиновый тигель, смешивают с трехкратным количеством углекислого калия-натрия и сплавляют при температуре 1000 °С 20 мин. Тигель после охлаждения помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 50 см³ воды, 60 см³ раствора соляной кислоты и при нагревании выщелачивают плав. После растворения тигель вынимают из стакана и ополаскивают водой в тот же стакан, затем раствор выпаривают досуха. К сухому остатку после охлаждения добавляют 10 см³ соляной кислоты, примерно 100 см³ горячей воды и кипятят 15—20 мин.

4.2.3 К горячим растворам, полученным согласно 4.2.1 и 4.2.2, добавляют 0,5 г надсернокислого калия и раствор нейтрализуют раствором гидроксида калия до начала выпадения гидроксидов. Осадок растворяют в растворе соляной кислоты, добавляя ее по каплям. К раствору добавляют 0,5 г хлористого аммония и раствор гексаметилентетраамина до полного выделения гидроксидов, затем 1—2 г диэтилдитиокарбоната натрия и нагревают на водяной бане 20 мин. Раствор с осадком охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор отфильтровывают через сухой фильтр средней плотности в сухой стакан вместимостью 400 см³. Первые порции фильтрата отбрасывают. В зависимости от массовой доли оксида кальция и оксида магния в две колбы вместимостью 500 см³ каждая помещают аликвотную часть раствора пробы согласно таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида кальция или оксида магния в боксите, %	Объем аликвотной части раствора пробы, $см^3$	Масса навески пробы, соответствующая части раствора пробы, г	Концентрация раствора для титрования, моль/$дм^3$
От 0,2 до 2,0 включ.	200	0,8	0,025
Св. 2,0 » 6,0 »	200	0,8	0,05
» 6,0	100	0,4	0,05

4.2.4 При первом титровании определяют суммарную массовую долю оксидов кальция и магния: к одной из аликвотных частей раствора пробы, помещенной в колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ буферного раствора, 3—4 кристалла гидрохлорида гидроксиламина, 1 $см^3$ триэтаноламина и примерно 0,3 г индикаторной смеси с эрихромом черным Т. Раствор титруют при постоянном перемешивании раствором трилона Б с концентрацией, указанной в таблице 1, до перехода красной окраски раствора в синюю.

4.2.5 При втором титровании определяют массовую долю оксида кальция: к другой аликвотной части раствора пробы во втором стакане вместимостью 500 $см^3$, которую при необходимости разбавляют до объема 200 $см^3$, добавляют 1—2 капли раствора нильского синего или индигокармина в раствор гидроксида калия до обесцвечивания раствора при применении нильского синего или до желтой окраски при применении индигокармина и еще 5 $см^3$ в избыток (pH раствора = 12,5 — 13,5). К раствору добавляют примерно 0,5 г индикаторной смеси с флуорексоном № 1 или № 2, затем титруют при постоянном перемешивании раствором трилона Б с концентрацией, указанной в таблице 1, до перехода зеленой окраски раствора в фиолетовую и гашении флуоресценции.

4.2.6 При массовой доле оксида кальция или оксида магния свыше 1 % возможно производить определение этих элементов, используя фильтрат, полученный по ГОСТ 14657.3, 3.2.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю оксида кальция X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_3 \cdot K \cdot c}{m} \cdot 100,$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на определение массовой доли оксида кальция, $см^3$;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б;

c — массовая концентрация (титр) раствора трилона Б, выраженная в граммах оксида кальция, равная: 0,001402 г/$см^3$ — для раствора трилона Б 0,025 моль/$дм^3$ и 0,002804 г/$см^3$ — для раствора трилона Б 0,05 моль/$дм^3$;

m — масса навески пробы в аликвотной части раствора пробы, г.

4.3.2 Массовую долю оксида магния X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot K \cdot c}{m} \cdot 100,$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на определение суммарной массовой доли оксидов кальция и магния, $см^3$;

V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на определение массовой доли оксида кальция, $см^3$;

K — поправочный коэффициент для раствора трилона Б;

c — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в граммах оксида магния, равная: 0,001008 г/$см^3$ — для раствора трилона Б 0,025 моль/$дм^3$ и 0,002016 г/$см^3$ — для раствора трилона Б 0,05 моль/$дм^3$;

m — масса навески пробы в аликвотной части раствора пробы, г.

4.3.3 Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака при массовой доле оксида кальция или магния от 0,20 % до 0,8 % включительно, а при массовой доле оксида кальция или магния свыше 0,8 % рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

4.3.4 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида кальция или оксида магния в бокситe,%	Допускаемое расхождение,% абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,20 до 0,50 включ.	0,04	0,06
Св. 0,50 » 0,80 »	0,05	0,07
» 0,8 » 1,0 »	0,1	0,2
» 1,0 » 3,0 »	0,2	0,3
» 3,0 » 6,0 »	0,3	0,4

5 Атомно-абсорбционный метод

Метод основан на разложении пробы сплавлением с карбонатом и тетраборатом натрия, выщелачивании плава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции кальция в пламени закись азота — ацетилен при длине волны 422,7 нм, а магния в пламени воздух — ацетилен при длине волны 285,2 нм.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источниками излучения для кальция и магния.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 : 1.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Калий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при 400 °С.

Ртуть.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Магний по ГОСТ 804.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,6031 г металлического магния помещают в стакан вместимостью 500 см^3 и осторожно добавляют 30 см^3 раствора соляной кислоты до полного растворения навески. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г оксида магния.

Раствор Б: 20 см^3 раствора А отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00004 г оксида магния.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартные растворы кальция.

Раствор В: 0,7140 г углекислого кальция, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 100 °С, помещают в стакан вместимостью 500 см^3, добавляют 30 см^3 соляной кислоты и 100—120 см^3 воды. После полного растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,0004 г оксида кальция.

Раствор Г: 50 см^3 раствора В отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Г содержит 0,00004 г оксида кальция.

Стандартный раствор кальция-магния Д: 25 см^3 раствора В и 10 см^3 раствора А отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Д содержит 0,0001 г оксида кальция и 0,0001 г оксида магния.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069.

Раствор алюминия: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют осторожно 50 см^3 раствора соляной кислоты, 1—2 капли ртути. Растворяют, при необходимости

подогревая на песочной бане. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор-фон 1: в стакан вместимостью 400 см^3 помещают 4,10 г углекислого натрия, 0,7 г тетраборнокислого натрия и 1,60 г пиросернокислого калия, растворяют в воде, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор-фон 2: в стакан вместимостью 400 см^3 помещают 1,60 г углекислого натрия и 1,60 г пиросернокислого калия, растворяют в воде, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 *Определение массовой доли оксида кальция или оксида магния при помощи градуировочного графика*

От раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим методом по ГОСТ 14657.2, отбирают аликвотную часть раствора 20 см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого отбирают 20 см^3 раствора контрольного опыта, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора алюминия, доливают водой до метки и перемешивают.

Для определения оксида магния полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 285, 2 нм.

Для определения оксида кальция полученный раствор распыляют в пламя закись азота—ацетилен и измеряют абсорбцию при длине волны 422,7 нм.

Раствор контрольного опыта распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют абсорбцию при длине волны 285,2 нм и в пламя закись азота—ацетилен и измеряют абсорбцию при длине волны 422,7 нм.

Массовую долю оксида магния и оксида кальция определяют по градуировочному графику с учетом контрольного опыта.

5.2.2 Для построения градуировочного графика в зависимости от метода разложения поступают следующим образом:

5.2.2.1 При разложении пробы сплавлением в мерные колбы вместимостью 200 см^3 приливают из бюретки: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 10,0 и 15,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000008; 0,000002; 0,000003 г/см^3 оксида магния. В те же колбы последовательно приливают 0; 5,0; 10,0; 25,0 см^3 стандартного раствора Г и 4,0; 6,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,000001; 0,000002; 0,000005; 0,000008; 0,000012 г/см^3 оксида кальция. В каждую колбу добавляют по 50 см^3 раствора-фона 1, по 10 см^3 раствора алюминия и по 10 см^3 раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

5.2.2.2 При разложении пробы спеканием в мерные колбы вместимостью 200 см^3 приливают из бюретки 0; 1,0; 2,0; 4,0; 10,0 и 20 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000008; 0,000002; 0,000004 г/см^3 оксида магния. В те же колбы последовательно приливают 0; 5,0; 10,0; 25,0 см^3 стандартного раствора Г и 4,0; 6,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,000001; 0,000002; 0,000005; 0,000008; 0,000012 г/см^3 оксида кальция. В каждую колбу добавляют по 50 см^3 раствора-фона 1, по 10 см^3 раствора алюминия и по 10 см^3 раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию кальция и магния в растворах для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения атомной абсорбции кальция и магния в растворе пробы. Из значений атомной абсорбции растворов для построения градуировочного графика вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартные растворы кальция и магния, и по полученным значениям и соответствующим им массам оксида кальция или оксида магния строят градуировочные графики.

5.2.3 *Определение массовой доли оксида кальция или оксида магния методом добавок*

5.2.3.1 После разложения пробы по ГОСТ 14657.2 из мерной колбы вместимостью 500 см^3 независимо от способа разложения отмеряют аликвотную часть согласно таблице 3 и переносят в три мерные колбы вместимостью по 100 см^3 каждая. При объеме аликвотной части 100 см^3 ее предварительно выпаривают в стакане до объема 80 см^3, охлаждают, затем переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

В одну из трех колб отмеряют 1 см^3 раствора Д, что составляет 0,0001 г оксида кальция и 0,0001 г оксида магния, в другую — 2 см^3 раствора Д, что составляет 0,0002 г оксида кальция и

0,0002 г оксида магния, в третью колбу раствор не добавляют. Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля оксида кальция или оксида магния в боксите,%	Объем аликвотной части раствора пробы,см^3	Масса навески пробы,соответствующая аликвотной части раствора пробы,г
От 0,05 до 0,1 включ.	100	0,2
св. 0,1 » 0,5 »	50	0,1
» 0,5 » 1,0 »	10	0,02
» 1,0 » 3,0 »	5	0,01

Из раствора контрольного опыта отбирают аликвотную часть, аналогичную аликвотным частям раствора пробы.

При объеме аликвотной части контрольного опыта 100 см^3 ее предварительно выпаривают в стакане до объема 50 см^3, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

При массовой доле оксида кальция или оксида магния от 0,05 % до 0,1 % к аликвотной части раствора контрольного опыта добавляют 25 см^3 раствора алюминия, при массовой доле от 0,1 % до 0,5 % — 12,5 см^3 раствора алюминия, при массовой доле от 0,5 % до 1,0 % — 2,5 см^3 раствора алюминия, при массовой доле от 1,0 % до 3,0 % — 1,25 см^3 раствора алюминия. Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию кальция или магния в трех растворах пробы параллельно с раствором контрольного опыта. Из значений атомной абсорбции растворов пробы вычитают значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта.

Затем строят график зависимости атомной абсорбции трех растворов пробы от массы добавленного оксида кальция или оксида магния. Полученную прямую экстраполируют до пересечения с осью абсцисс. Отрезок, отсеченный на этой оси, равен массе оксида кальция или оксида магния в растворе пробы.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю оксида кальция или оксида магния X, %, при определении с помощью градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V_1 \cdot V}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где c — массовая концентрация оксида кальция или оксида магния в растворе пробы,найденная по градуировочному графику 5.2.2.1 или 5.2.2.2,г/см^3;

V_1 — объем раствора пробы,в котором проводится измерение атомной абсорбции,см^3;

V — общий объем раствора,см^3;

m — масса навески боксита,г;

V_2 — объем аликвотной части раствора,см^3.

5.3.2 Массовую долю оксида кальция или оксида магния X, %, при определении методом добавок вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса оксида кальция или оксида магния в растворе пробы, найденная по графику (5.2.3),г;

V_1 — общий объем раствора,см^3;

m — масса навески боксита,г;

V_2 — объем аликвотной части раствора,см^3.

5.3.3 Расчет результатов анализа — по 4.3.3.

5.3.4 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля оксида кальция или оксида магния,%	Допускаемое расхождение,% абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,05 до 0,15 включ.	0,02	0,03
Св. 0,15 » 0,50 »	0,04	0,06
» 0,50 » 0,80 »	0,05	0,10
» 0,8 » 1,5 »	0,1	0,15
» 1,5 » 3,0 »	0,2	0,3

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, оксид кальция, оксид магния

gost.e-ecolog.ru