МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ХРОМА

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13583.11—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13583.11—81

© ИПК Издательство стандартов, 1995

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

УДК 669.712:546.76—31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида хрома

Alumina. Methods for the determination of chromium oxide

ГОСТ 13583.11—93

ОКСТУ 1711

Дата введения 1995—01—01

Настоящий стандарт устанавливает методы определения оксида хрома в глиноземе:

атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида хрома от 0,0015 до 0,01 %;

фотометрический — при массовой доле оксида хрома от 0,0002 до 0,01 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25542.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на щелочном разложении пробы сплавлением, окислении трехвалентного хрома до шестивалентного, образовании комплекса хрома с дифенилкарбазидом и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 545 нм.

Если массовая доля оксида ванадия (V) более чем в три раза превышает массовую долю оксида хрома (III), то предварительно проводят экстракцию хрома метилизобутилкетоном и реэкстракцию водой.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы с концентрацией эквивалента 8 и 2 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 6 и 0,5 моль/дм^3.

Издание официальное

2 Зак. 1420

Кислота фосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:10. Для приготовления кислоты, свободной от восстановителей, в горячий раствор кислоты добавляют по каплям раствор перманганата калия до получения устойчивой в течение 10 мин розовой окраски раствора.

Вода, свободная от восстановителей: к 1000 см³ воды приливают 2,5 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³, нагревают до кипения, прибавляют раствор перманганата калия до устойчивой розовой окраски раствора и кипятят не менее 10 мин.

Церий-аммоний азотно-кислый, раствор с концентрацией эквивалента 0,04 моль/дм³ по церию в растворе серной кислоты 2 моль/дм³: 2,19 г азотно-кислого церия-аммония растворяют в небольшом количестве воды и добавляют 25 см³ раствора серной кислоты 2 моль/дм³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий периодат.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 0,05%.

Метилизобутилкетон (МИБК) очищенный: в делительную воронку вместимостью 500 см³ помещают 350 см³ МИБК, охлажденного до температуры 5—10°С, 50 см³ раствора соляной кислоты 0,5 моль/дм³ и осторожно встряхивают 1 мин. После разделения слоев водную фазу сливают и отбрасывают. Очищенный МИБК хранят в посуде с притертой пробкой.

Ацетон по ГОСТ 2603

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Дифенилкарбазид, раствор с массовой долей 1% в ацетоне, свежеприготовленный.

Калий двухромово-кислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,1936 г предварительно высушенного при температуре 150°С в течение 10 ч и охлажденного в эксикаторе двухромово-кислого калия помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют примерно в 200 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г оксида хрома (III).

Раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,000005 г оксида хрома (III).

Раствор В: 10 см раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора В содержит 0,0000005 г оксида хрома (III).

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2%.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают в ацетоне, затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 100°С 3—5 мин и охлаждают в эксикаторе.

Раствор алюминия 26,5 г/дм³: 26,5 г алюминиевой стружки помещают в стакан вместимостью 1000 см³, добавляют 1 каплю ртути или 1 см³ раствора хлористого никеля, затем по частям 600 см³ раствора соляной кислоты 6 моль/дм³. После прекращения растворения раствор охлаждают, добавляют 100 см³ серной кислоты, выпаривают до выделения белых паров серной кислоты и еще 10 мин. После охлаждения добавляют 400—500 см³ воды и нагревают до получения прозрачного раствора. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Определение массовой доли оксида хрома при соотношении оксида ванадия (V) и оксида хрома (III) не более 3:1.

2.2.1.1. Аликвотную часть серно-кислого раствора пробы, приготовленного методом щелочного разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, объемом 25,0 см³, помещают в стакан вместимостью 100 см³, разбавляют до объема 30 см³ водой, приливают 0,5 см³ раствора марганцово-кислого калия, нагревают до кипения и выдерживают при температуре кипения 10 мин, добавляя в случае исчезновения окраски 1—2 капли раствора марганцово-кислого калия. Затем в горячий раствор добавляют по каплям этиловый спирт почти до обесцвечивания розовой окраски перманганата калия. После прибавления каждой капли этилового спирта выжидают несколько секунд. Необходимо избегать избытка восстановителя. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, предварительно ополоснутую водой, не содержащей восстановителей. Добавляют 3 см³ ортофосфорной кислоты, 2 см³ дифенилкарбазида, доливают до метки водой, не содержащей восстановителей, и перемешивают. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Через 15 мин, но не позже чем через 1 ч, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектро-

колориметре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 545 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу оксида хрома в растворе находят по градуировочному графику.

2.2.1.2. Для построения градуировочного графика в десять стаканов вместимостью 100 см³ каждый помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 10,0 см³ раствора В и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,0000005; 0,000001; 0,000002; 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г оксида хрома (III).

В каждый стакан добавляют по 10 см³ раствора алюминия, 1,0 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³. Разбавляют до объема 30 см³ водой, приливают 0,5 см³ раствора марганцово-кислого калия, нагревают до кипения и далее поступают, как указано в п. 2.2.1.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора хрома.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида хрома строят градуировочный график.

2.2.2. Определение массовой доли оксида хрома при соотношении оксида ванадия (V) и оксида хрома (III) более 3:1.

2.2.2.1. Аликвотную часть серно-кислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, объемом 25 см³ помещают в стакан вместимостью 100 см³ с отметкой, соответствующей объему 30 см³. Доводят объем раствора до 30 см³ водой, добавляют 2 см³ раствора азотно-кислого церия-аммония или 0,1 г периодата калия. Стакан накрывают часовым стеклом и оставляют на водяной бане 25 мин, добавляя воду по мере испарения, затем охлаждают до температуры 5—10°С.

Охлажденный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 200 см³ с нанесенной на нее отметкой, соответствующей объему 45 см³. Раствор доливают до метки водой, охлажденной до температуры 5—10°С, добавляют 4,5 см³ раствора соляной кислоты 6 моль/дм³, охлажденной до температуры 5—10°С, перемешивают, далее добавляют 25 см³ МИБК, охлажденного до температуры 5—10°С, и встряхивают 20 с. После расслоения фаз водную фазу сливают и отбрасывают. К органической фазе добавляют 25 см³ раствора соляной кислоты 0,5 моль/дм³, встряхивают 20 с, после расслоения водную фазу сливают и отбрасывают. К органической фазе добавляют 15 см³ воды и встряхивают 30 с. Операцию повторяют дважды, собирая водные фазы в мерную колбу вместимостью 50 см³.

Далее в мерную колбу вместимостью 50 см³ добавляют 1,3 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³ и после перемешивания 2 см³ раствора дифенилкарбазида доливают до метки водой, не содержащей восстановителей, и перемешивают.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Через 15 мин, но не позже чем через 1 ч, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или на фотоэлектроколориметре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов, соответствует длине волны 545 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу оксида хрома в растворе находят по градуировочному графику.

2.2.2.2. Для построения градуировочного графика в десять стаканов вместимостью 100 см³ каждый с отметкой, соответствующей объему 30 см³, помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0 и 10,0 см³ раствора В и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,0000005; 0,000001; 0,000002; 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г оксида хрома (III).

В каждый стакан приливают по 10 см³ раствора алюминия, 1,0 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³, разбавляют водой до объема 30 см³, добавляют 2 см³ раствора азотно-кислого церия-аммония или 0,1 г периодата калия и далее поступают, как указано в п. 2.2.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора хрома.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида хрома строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю оксида хрома (III) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида хрома в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем основного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора пробы, см³;

m — масса навески глинозема, г.

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

Массовая доля оксида хрома, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0003	0,0004
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0006
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0006	0,0009
» 0,005 » 0,010 »	0,001	0,002

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на кислотном или щелочном разложении пробы и измерении атомной абсорбции хрома в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота при длине волны 357,9 нм.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для хрома.

Закись азота.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Вода, дважды дистиллированная, для приготовления растворов и проведения анализа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм³.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2%.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100°С 3—4 мин и охлаждают в эксикаторе.

Раствор алюминия 26,5 г/дм³: 26,50 г алюминия помещают в стакан вместимостью 1000 см³ и небольшими порциями добавляют 600 см³ раствора соляной кислоты, затем 1 см³ раствора хлористого никеля или каплю ртути. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий двухромово-кислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 1,9355 г предварительно просушенного при температуре 150°С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе двухромово-кислого калия растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 100 см³ воды. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г оксида хрома (III).

Раствор Б: 50,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г оксида хрома (III).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Для анализа используют раствор пробы, приготовленный по ГОСТ Р 50332.1. В случае применения раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением, используют азотно-кислый раствор.

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ Р 50332.1, добавляя в мерную колбу 20 см³ раствора алюминия при кислотном разложении пробы и 100 см³ раствора алюминия при щелочном разложении пробы сплавлением.

Измеряют атомную абсорбцию хрома в растворе пробы параллельно с растворами для градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота при длине волны 357,9 нм.

Из значения атомной абсорбции раствора пробы вычитают значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта. Массу оксида хрома находят по градуировочному графику.

3.2.2 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 250 см³ каждая отбирают 0; 1,5; 2,5; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000075; 0,000125; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г оксида хрома. Во все колбы добавляют по 100 см³ раствора алюминия. При щелочном сплавлении во все колбы добавляют также по 12 г углекислого натрия, 4,0 г борной кислоты и 50 см³ раствора азотной кислоты. Растворы в колбах доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию хрома в пламени ацетилен — воздух или ацетилен —закись азота при длине волны 357,9 нм непосредственно до и после измерения атомной абсорбции хрома в растворе пробы.

Из атомной абсорбции растворов вычитают атомную абсорбцию раствора, не содержащего стандартный раствор хрома, и по

полученным значениям и соответствующим им массам оксида хрома строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю оксида хрома (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида хрома (III), найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески глинозема, г.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	3.1	ГОСТ 6552—80	2.1
ГОСТ 2603—79	2.1, 3.1	ГОСТ 9656—75	2.1, 3.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1	ГОСТ 11069—74	2.1, 3.1
ГОСТ 4038—79	2.1, 3.1	ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 4204—77	3.1	ГОСТ 20490—75	2.1
ГОСТ 4220—75	2.1, 3.1	ГОСТ 25542.0—93	1
ГОСТ 4461—78	3.1	ГОСТ Р 50332.1—92	2.2.1.1, 2.2.2.1, 3.2.1
ГОСТ 4658—73	2.1, 3.1		
ГОСТ 5457—75	3.1		

Изменение № 1 ГОСТ 13583.11—93 Глинозем. Методы определения оксида хрома

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 17 от 22.06.2000)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3563

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Пункт 2.1. Восьмой абзац. Заменить значение: 0,05 % на 0,07 %;

девятнадцатый абзац (со слов «Раствор В»). Заменить слова: «10 см³ раствора В» на «10 см³ раствора Б».

Пункт 2.2.1.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 100 см³ каждый помещают 0; 1,0; 5,0; 10,0 см³ раствора В и 2,0; 6,0; 10,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,0000005; 0,0000025; 0,000005; 0,00001; 0,00003; 0,00005 г оксида хрома (III)».

Пункт 2.2.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 100 см³ каждый с отметкой, соответствующей объему 30 см³, помещают 0; 1,0; 5,0; 10,0 см³ раствора В и 2,0; 6,0; 10,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,0000005; 0,0000025; 0,000005; 0,00001; 0,00003; 0,00005 г оксида хрома (III)».

(ИУС № 12 2000 г.)

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 09.06.95. Подп. в печ. 04.08.95. Усл. п. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,57. Тир. 398 экз. С 2717.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1420
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru