УДК 622.349.3-15:546.76-31.06:354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения окиси хрома

Raremetallic concentrates.
Methods for the determination
of chromium oxide

ГОСТ
25702.16—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1614 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3363 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает фотометрические методы определения окиси хрома (при массовой доле от 0,01 до 2,5 %) в ильменитовом концентрате.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ХРОМА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОТ 0,1 ДО 0,3 %)

Метод основан на реакции окисления дифенилкарбазида хромом (VI) в кислой среде с образованием окрашенного в красно-фиолетовый цвет соединения и фотометрировании окраски раствора.

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 700 °С.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

gost.e-ecolog.ru

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Тигли железные или никелевые вместимостью 50 см³.

Бумага индикаторная универсальная.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Пипетка вместимостью 5 см³ с делениями.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 200 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ и 3 моль/дм³.

Натрия перекись.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы с молярной концентрацией 50 г/дм³.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин по НТД, спиртовой раствор с концентрацией 1 г/дм³.

Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм³, свежеприготовленный; готовят одним из следующих способов: 0,25 г дифенилкарбазида растворяют в 25 см³ этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100 см³;

0,25 г дифенилкарбазида растворяют в ацетоне и доводят объем ацетоном до 100 см³.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Раствор окиси хрома (основной);

раствор А. Навеску двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 140—150 °С, массой 0,1935 г растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг окиси хрома (VI);

раствор Б (рабочий). Аликвотную часть раствора А объемом 10 см³ переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг окиси хрома (VI).

Раствор Б готовят в день употребления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Навеску концентрата массой 0,3 г перемешивают с 4 г перекиси натрия в железном или никелевом тигле, не содержащем хрома, покрывают сверху 1 г перекиси натрия и сплавляют в муфельной печи вначале при 500 °С, а затем при 600—700 °С в течение 10 мин до получения жидкой легкоподвижной массы. Распла-

вившуюся смесь время от времени перемешивают осторожным вращательным движением тигля и прогревают плав еще в течение 10 мин.

Охлажденный плав помещают в стакан вместимостью 200 см³ и выщелачивают 50 см³ горячей воды, нагревают, а затем кипятят раствор в течение 10—15 мин для разрушения образовавшейся перекиси водорода. При окрашивании раствора в зеленый цвет соединениями марганца в начале кипячения добавляют к раствору несколько капель этилового спирта и кипятят раствор в течение 3—4 мин. Раствор охлаждают, переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора в колбе водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» (фильтр предварительно промывают раствором углекислого натрия, водой и высушивают на воздухе) в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата. В мерную колбу вместимостью 50 см³ вводят от 5 до 25 см³ раствора (в зависимости от содержания окиси хрома в пробе), прибавляют 1 каплю раствора фенолфталеина, нейтрализуют раствор серной кислотой с молярной концентрацией 3 моль/дм³ до изменения окраски индикатора, приливают 2 см³ той же кислоты, 3 см³ раствора дифенилкарбазида, разбавляют водой до метки и перемешивают. Молярная концентрация раствора должна быть 0,1 моль/дм³ (pH-1) (проверяют по универсальной индикаторной бумаге). Спустя 5 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~540 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм относительно раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу окиси хрома находят по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0,5; 1,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ рабочего раствора окиси хрома (VI), добавляют по 40 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, по 3 см³ раствора дифенилкарбазида, доводят до метки раствором серной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ и перемешивают. Спустя 5 мин измеряют величину оптической плотности растворов, как указано в п. 2.2.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением рабочего раствора окиси хрома.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам окиси хрома строят градуировочный график.

2.2.1; 2.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю окиси хрома (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса окиси хрома, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0- 83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси хрома, %	Допускаемое расхождение, %
0,01	0,06
0,03	0,01
0,080	0,017
0,10	0,02
0,30	0,03

2.3.1; 2.3.2. **(Измененная редакция. Изм. № 1).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ХРОМА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОТ 0,3 ДО 2,5 %)

Метод основан на окислении хрома до хромата в щелочной среде и фотометрировании желтой окраски раствора.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 700 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Тигли железные или никелевые вместимостью 50 см³.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см³ без деления.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 200 см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией 1,5 моль/дм³.

Натрия перекись.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор с концентрацией 50 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Раствор окиси хрома; готовят следующим образом: навеску двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 150 °С, массой 0,0967 г, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,05 мг окиси хрома.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Навеску пробы массой 0,1 г тщательно перемешивают с 4 г гидроокиси натрия в железном или никелевом тигле, не содержащем хрома, покрывают сверху 1 г перекиси натрия и сплавляют в муфельной печи вначале при 500 °С, а затем при 600—700 °С в течение 10 мин до получения жидкой легкоподвижной массы. Расплавившуюся смесь время от времени перемешивают осторожным вращательным движением тигля и прогревают плав в муфельной печи еще в течение 10 мин.

Охлажденный плав помещают в стакан и выщелачивают 50 см³ горячей воды, нагревают раствор и кипятят в течение 10—15 мин для разрушения образовавшейся перекиси водорода. Если раствор окрашен в зеленый цвет соединениями марганца, то в начале кипячения добавляют несколько капель этилового спирта и кипятят раствор несколько минут. Раствор охлаждают, переводят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр (фильтр предварительно промывают раствором углекислого натрия, водой и высушивают на воздухе) в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают аликвотную часть раствора объемом 5—10 см³ (в зависимости от содержания окиси хрома в пробе) и переводят ее в мерную колбу вместимостью 50 см³. К раствору приливают 25 см³ раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 1,5 моль/дм³, доводят до метки водой и перемешивают. Величину

оптической плотности полученного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~370 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

По градуировочному графику находят массу окиси хрома в анализируемом растворе.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ раствора окиси хрома, прибавляют по 25 см³ раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 1,5 моль/дм³, доводят объем до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют, как указано в п. 3.2.1 по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора окиси хрома.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам окиси хрома строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. **Обработка результатов**

3.3.1. Массовую долю окиси хрома (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса окиси хрома, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси хрома, %	Допускаемое расхождение, %
1,0	0,05
2,50	0,1 0,25

gost.e-ecolog.ru

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**