УДК 622.349.21 : 546.681—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Метод определения оксида галлия

Bauxite. Method for the determination of gallium oxide

ГОСТ 14657.11—78

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.01.79 до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотометрическое и флуориметрическое определения массовой доли галлия, в пересчете на оксид галлия от 0,002 до 0,03%.

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в розовый цвет комплексного соединения галлия с родамином В и на фотометрировании бензольно-ацетонового экстракта хлоргаллата или измерении флуоресценции бензольного раствора хлоргаллата.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Флуориметр типа КФ-4М.

Центрифуга лабораторная.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,5 моль/дм^3 и 6 моль/дм^3.

Титан губчатый по ГОСТ 17746—79 марки ТГ-100.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Раствор треххлористого титана; готовят следующим образом: 6 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ с молярной концентрацией эквивалента 6 моль/дм³ соляной кислоты при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствор с молярной концентрацией эквивалента 6 моль/дм³ соляной кислоты и перемешивают. Хранят в темном месте в плотно закрытой колбе.

Родамин В раствор с массовой долей 0,5% в растворе соляной кислоты молярной концентрации 6 моль/дм³ и водный раствор 0,1000 г/дм³.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Галлий технический по ГОСТ 12797—77.

Стандартные растворы галлия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,0744 г металлического галлия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг оксида галлия.

Раствор Б; готовят перед применением следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А, приливают 10 см концентрированной соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают раствор молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм³ соляной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг оксида галлия:

Раствор В; готовят перед применением следующим образом: отбирают пипеткой 50 см³ раствора Б в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствор молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм³ соляной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,0005 мг оксида галлия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78, отбирают аликвотную часть 50 см³, помещают в стакан вместимостью 150 см³ и выпаривают до влажных солей.

Остаток растворяют при слабом нагревании в 30 см³ раствора молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм³ соляной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, обмывая стенки стакана раствором молярной концентрации эквивалента

6 моль/дм^3 соляной кислоты, доливают этой же кислотой до метки и перемешивают.

3.2. Для фотометрического определения массовой доли галлия из мерной колбы вместимостью 50 см^3 отбирают 5—10 см^3 раствора в зависимости от массовой доли оксида галлия в делительную воронку вместимостью 100 см^3, ополоснутую раствором молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм^3 соляной кислоты. Если на определение отобрано 5 см^3 раствора, то к нему приливают из пипетки 5 см^3 раствора молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм^3 соляной кислоты. Затем при перемешивании приливают по каплям пипетками 0,4 см^3 раствора треххлористого титана для восстановления трехвалентного железа, 1,0 см^3 солянокислого раствора родамина В и оставляют на 5 мин. Затем пипетками приливают 2 см^3 ацетона и 8 см^3 бензола и встряхивают раствор в течение 1 мин. После разделения фаз сливают и отбрасывают водную фразу, а органическую фазу собирают в пробирку с притертой пробкой. Не позднее чем через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 560 нм.

Раствором сравнения служит бензол.

Одновременно проводят контрольный опыт.

По величине оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массовую долю оксида галлия по градуировочному графику 1.

3.3. Для флуориметрического определения массовой доли галлия от раствора в мерной колбе вместимостью 50 см^3, указанного в п. 3.1, отбирают 1—5 см^3 раствора (в зависимости от массовой доли оксида галлия) в сухую измерительную пробирку с притертой пробкой.

Если на определение отобрано менее 5 см^3 раствора, то к нему приливают из пипетки раствор молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм^3 соляной кислоты до объема 5 см^3. Затем при перемешивании приливают по каплям пипетками 0,4 см^3 раствора треххлористого титана, 0,4 см^3 солянокислого раствора родамина В и оставляют на 5 мин.

Затем пипеткой приливают 6 см^3 бензола, пробирку закрывают пробкой и встряхивают в течение 1 мин. Для разделения водного и бензольного слоев пробирку помещают в центрифугу и центрифугируют в течение 1—2 мин при скорости вращения 1000—1500 мин$^{-1}$. Не позднее чем через 1 ч измеряют интенсивность флуоресценции бензольного слоя на флуориметре со скрещенными светофильтрами, граница скрещивания светофильтров 575 нм.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Перед измерением флуоресценции исследуемого раствора про-

изводят настройку прибора, подбирая режим работы фотоэлектрической части прибора. Для этого служит водный раствор родамина В, помещенный в одну из пробирок.

По величине фототока с учетом контрольного опыта определяют массовую долю оксида галлия по градуировочному графику 2.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Для построения градуировочного графика 1 в делительные воронки вместимостью по 100 см³ приливают из микробюретки 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010 мг оксида галлия.

Затем приливают из бюретки раствор молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм³ соляной кислоты в таких количествах, чтобы объем раствора в каждой воронке был равен 10,0 см³. Далее приливают пипетками по 0,4 см³ раствора треххлористого титана, по 1,0 см³ солянокислого раствора родамина В и далее продолжают, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий галлий.

По получении значения оптических плотностей и известным массовым долям оксида галлия строят градуировочный график.

3.5. Для построения градуировочного графика 2 в сухие измерительные пробирки с притертыми пробками приливают из микробюретки 0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0; 2,4; 2,8 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010; 0,0012; 0,0014 мг оксида галлия. Затем приливают из бюретки раствор молярной концентрации эквивалента 6 моль/дм³ соляной кислоты в таких количествах, чтобы объем раствора в каждой пробирке был равен 5,0 см³. Далее приливают пипетками 0,4 см³ раствора треххлористого титана, 0,4 см³ солянокислого раствора родамина В и далее продолжают, как указано в п. 3.3.

По величине фототока и известным массовым долям оксида галлия строят градуировочный график 2.

При использовании вновь приготовленного водного раствора родамина В, который служит для настройки прибора, следует проверить градуировочный график 2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида галлия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — количество оксида галлия, найденное по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески боксита, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля оксида галлия в боксите, %	Допускаемые расхождения, % (абс.)			
	флуориметрический метод		*фотометрический метод*	
	сходимости	воспроизводимости	сходимости	воспроизводимости
От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0008	0,001	—	—
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003	0,002	0,003
» 0,010 » 0,030 »	0,005	0,008	0,005	0,008

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.78 г. № 1113**

3. **Введен впервые**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 2603—79	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 5955—75	2
ГОСТ 12797—77	2
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 14657.2—78	3.1
ГОСТ 17746—79	2
ГОСТ 24104—80	2

5. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2909**

7. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru