МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения оксида галлия

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 14657.11—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.11—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 галлия

Bauxite. Methods for determination of gallium oxide content

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает методы определения оксида галлия в зависимости от его массовой доли:

фотометрический — от 0,005 % до 0,05 %;

флуориметрический — от 0,002 % до 0,05 %;

атомно-абсорбционный — от 0,01 % до 0,05 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4038—79 Никеля (II) хлорид 6-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 5955—75 Бензол. Технические условия

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 12797—77 Галлий технический. Технические условия

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

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Фотометрический метод

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в розовый цвет комплексного соединения галлия с родамином В, экстракции комплексного соединения ацетоном и бензолом и фотометрировании раствора при длине волны 560 нм.

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Пробирки с притертыми пробками вместимостью не менее 10 см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1 и 6 моль/дм^3.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Раствор хлорида титана (III): 6 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 60 см^3 6 моль/дм^3 раствора соляной кислоты при умеренном нагревании. Раствор

Издание официальное

охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки 6 моль/дм³ раствором соляной кислоты и перемешивают. Хранят в темном месте в плотно закрытой колбе.

Родамин В, раствор с массовой долей 0,5 % в 6 моль/дм³ растворе соляной кислоты.

Бензол по ГОСТ 5955.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Галлий технический по ГОСТ 12797.

Стандартные растворы галлия.

Раствор А: 0,0744 г галлия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты 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 0,0001 г оксида галлия.

Раствор Б: Отбирают пипеткой 10 см³ раствора А, приливают 10 см³ соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают 6 моль/дм³ раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,000001 г оксида галлия.

4.2 Проведение анализа

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

Остаток растворяют при слабом нагревании в 30 см³ 6 моль/дм³ раствора соляной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, обмывая стакан 6 моль/дм³ раствором соляной кислоты, доливают этой же кислотой до метки и перемешивают.

В зависимости от массовой доли оксида галлия отбирают 10 см³ раствора в делительную воронку вместимостью 100 см³, ополоснутую 6 моль/дм³ раствором соляной кислоты. Если на определение отобрано 5 см³ раствора, то к нему приливают из пипетки 5 см³ 6 моль/дм³ раствора соляной кислоты. Затем при перемешивании приливают по каплям пипетками 0,4 см³ раствора хлорида титана (III) для восстановления трехвалентного железа, 1,0 см³ солянокислого раствора родамина В и оставляют на 5 мин. Затем пипетками приливают 2 см³ ацетона и 8 см³ бензола и встряхивают раствор 1 мин. После разделения фаз сливают и отбрасывают водную фазу, а органическую фазу собирают в сухую 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 оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу оксида галлия по градуировочному графику.

4.2.2 Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью по 100 см³ приливают из микробюретки 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,000010 г оксида галлия.

Затем приливают из бюретки 6 моль/дм³ раствора соляной кислоты в таких количествах, чтобы объем раствора в каждой воронке был равен 10,0 см³. Далее приливают пипетками по 0,4 см³ раствора хлорида титана (III), по 1,0 см³ солянокислого раствора родамина В и далее продолжают, как указано в 4.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий галлий.

По значениям оптических плотностей и известным массам оксида галлия строят градуировочный график.

4.3 Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса оксида галлия, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески боксита, г.

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до четвертого и округляют до третьего десятичного знака.

4.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать значения, указанного в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида галлия в боксите, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,005	0,008
» 0,030 » 0,050 »	0,007	0,010

5 Флуориметрический метод

Метод основан на образовании в солянокислой среде окрашенного в розовый цвет комплексного соединения галлия с родамином В, экстракции комплексного соединения бензолом и флуориметрировании растворов при длине волны 575 нм.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Флуориметр.

Пробирки измерительные с притертыми пробками из одного сорта стекла и диаметром (18±0,1) мм.

Центрифуга лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1 и 6 моль/дм^3.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Раствор хлорида титана (III): 6 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 6 моль/дм^3 раствора соляной кислоты при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки 6 моль/дм^3 раствором соляной кислоты и перемешивают. Хранят в темном месте в плотно закрытой колбе.

Родамин В, раствор с массовой долей 0,5 % в 6 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и водный раствор 0,1000 г/дм^3.

Бензол по ГОСТ 5955.

Галлий технический по ГОСТ 12797.

Стандартные растворы галлия.

Раствор А: 0,0744 г галлия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 при нагревании. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г оксида галлия.

Раствор Б: отбирают пипеткой 10 см^3 раствора А, приливают 10 см^3 соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают 6 моль/дм^3 раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000001 г оксида галлия.

Раствор В: отбирают пипеткой 50 см^3 раствора Б в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают 6 моль/дм^3 раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора В содержит 0,0000005 г оксида галлия.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 Для анализа используют раствор пробы, приготовленный, как указано в 4.2.1. От раствора в мерной колбе вместимостью 50 см^3 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, к нему приливают из пипетки 6 моль/дм^3 раствор соляной кислоты до объема 5 см^3. Затем при перемешивании приливают по каплям пипетками 0,4 см^3 раствора хлорида титана (III), 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 1 мин. Для разделения водного и бензольного слоев пробирку помещают в центрифугу и центрифугируют 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 производят настройку прибора, подбирая режим работы фотоэлектрической части прибора. Для этого служит водный раствор родамина В, помещенный в одну из пробирок.

По фототоку с учетом контрольного опыта определяют массу оксида галлия по градуировочному графику.

5.2.2 Для построения градуировочного графика в сухие измерительные пробирки с притертыми пробками приливают из микробюретки 0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000006; 0,0000008; 0,0000010 г оксида галлия. Затем приливают из бюретки 6 моль/дм^3 раствора соляной кислоты в таких количествах, чтобы объем раствора в каждой пробирке был равен 5,0 см^3. Далее приливают пипетками 0,4 см^3 раствора хлорида титана (III), 0,4 см^3 солянокислого раствора родамина В и далее продолжают, как указано в 5.2.1.

По фототоку и известным массам оксида галлия строят градуировочный график.

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

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю оксида галлия X, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида галлия, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

5.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать значения, указанного в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида галлия в бокситe, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0008	0,001
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,030 »	0,005	0,008
» 0,030 » 0,050 »	0,007	0,010

6 Атомно-абсорбционный метод

Метод основан на разложении пробы сплавлением с карбонатом и тетраборатом натрия, выщелачивании плава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции галлия в окислительном пламени закись азот-ацетилен при длине волны 294,4 нм.

6.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями, источником излучения для галлия и горелкой для пламени закись азот-ацетилен.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Закись азота.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

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

Ацетон по ГОСТ 2603.

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

Раствор алюминия: 1,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты и 1—2 капли раствора хлористого никеля. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения алюминия, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Смесь для сплавления: смешивают натрий углекислый и натрий тетраборнокислый в соотношении 6:1 (по массе).

Раствор-фон: 30 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 600 см³, смачивают водой и осторожно порциями добавляют 200 см³ раствора соляной кислоты. После растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доливают водой до метки и перемешивают.

Галлий металлический по ГОСТ 12797.

Галлий (III) оксид.

Стандартные растворы галлия.

Раствор А: 0,7439 г галлия или 1,000 г оксида галлия, предварительно прокаленного при температуре 300 °С и охлажденного в эксикаторе, растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты с добавлением 1—2 капель азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 10,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00004 г оксида галлия (III).

6.2 Проведение анализа

6.2.1 Навеску боксита массой 1 г помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 3 г смеси для сплавления и далее разложение боксита, выщелачивание плава, обработку и приплавление остатка производят, как указано в 5.2.1.1 ГОСТ 14657.2, но анализируемый раствор помещают в мерную колбу вместимостью не 500 см³, а 250 см³.

Раствор контрольного опыта готовят по 5.2.1.1 ГОСТ 14657.2, добавляя в мерную колбу вместимостью 250 см³ 125 см³ раствора алюминия.

Измеряют атомную абсорбцию галлия в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в окислительном пламени закись азота—ацетилен при длине волны 294,4 нм.

Массу оксида галлия в растворе пробы находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

6.2.2 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отбирают по 50 см³ раствора алюминия, по 40 см³ раствора-фона и 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,0; 0,0000004; 0,0000006; 0,0000008; 0,0000010; 0,0000012; 0,0000016; 0,0000020 г/см³ оксида галлия. Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию галлия в растворах для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения атомной абсорбции галлия в растворе пробы в окислительном пламени азот—ацетилен при длине волны 294,4 нм.

Из значений атомной абсорбции растворов для построения градуировочного графика вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор оксида галлия, и по полученным значениям и соответствующим им массовым концентрациям оксида галлия строят градуировочный график.

6.3 Обработка результатов

6.3.1 Массовую долю оксида галлия (III) X, %, вычисляют по формуле

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

где c — массовая концентрация оксида галлия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески боксита, г.

6.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

6.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа — по 4.3.3.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, оксид галлия

gost.e-ecolog.ru