ГОСТ 14657.12—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения оксида хрома (III)

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 14657.12—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.12—78

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 хрома (III)

Bauxite. Methods for determination of chromium oxide (III) content

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает методы определения оксида хрома:

фотометрический - при массовой доле оксида хрома от 0,003 % до 0,5 %;

атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида хрома от 0,01 % до 0,5 %.

2 Нормативные ссылки

Внастоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

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

ГОСТ 4168—79 Натрий азотнокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Калий двухромовокислый. 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 11069—74 Алюминий первичный. Марки

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

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки

ГОСТ 20490—75 Калий марганцевокислый. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Фотометрический метод

Метод основан на переведении хрома в растворимый хромат окислительным сплавлением со смесью карбоната натрия и нитрата натрия и последующем фотометрическом определении с дифенилкарбазидом.

Издание официальное

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Вода, свободная от восстановителей: к 1000 см^3 воды приливают 5 см^3 раствора серной кислоты, нагревают до кипения, прибавляют раствор марганцевокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора и кипятят не менее 10 мин.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168.

Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 0,05 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм^3, окисленный при нагревании раствором марганцевокислого калия.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензосульфокислый натрий) раствор с массовой долей 1 %.

Ацетон по ГОСТ 2603. Если необходимо, ацетон подвергают перегонке при 56 °С. Небольшое количество первой и последней фракций отбрасывают.

Дифенилкарбазид, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 % в ацетоне или спирте. Раствор, окрашенный в бурый цвет, не пригоден для анализа.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,1936 г двухромовокислого калия предварительно высушенного при 150 °С растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г оксида хрома (III).

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000002 г оксида хрома (III).

4.2 Проведение анализа

4.2.1 Навеску боксита массой 0,5 г тщательно перемешивают в платиновом тигле с 2,5 г углекислого натрия и 0,1 г азотнокислого натрия и сплавляют при температуре 950 °С 20—30 мин.

Во избежание разбрызгивания пробу с плавнем предварительно выдерживают несколько минут при температуре 600 °С.

После сплавления пробы плав охлаждают, наружные стенки тигля обмывают водой, помещают тигель в стакан, в который прилито 80 см^3 воды, добавляют 1 см^3 спирта и нагревают на песчаной бане до полного выщелачивания плава. Затем тигель вынимают из стакана и обмывают его горячей водой.

Раствор с осадком переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр «синяя лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Из фильтрата отбирают две одинаковые аликвотные части раствора по 1—25 см^3 (в зависимости от массовой доли хрома) в конические колбы вместимостью по 150 см^3. К раствору в одной из колб добавляют 2 капли метилового оранжевого и титруют раствором серной кислоты до изменения окраски раствора из желтой в розовую. К раствору в другой колбе приливают раствор серной кислоты в количестве, которое пошло на титрование такой же аликвотной части раствора, и еще 2,5 см^3. Затем приливают воды до объема 40 см^3, раствор марганцевокислого калия до появления розовой окраски раствора и нагревают, не доводя до кипения, 15 мин, добавляя в случае исчезновения окраски 1—2 капли раствора марганцевокислого калия. Затем в горячий раствор добавляют по каплям этиловый спирт почти до обесцвечивания розовой окраски раствора. После прибавления каждой капли этилового спирта выжидают несколько секунд. Необходимо избегать избытка восстановителя. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, предварительно ополоснутую водой, не содержащей восстановителей, приливают 2 см^3 дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 546 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт. По значению оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу оксида хрома (III) по градуировочному графику.

При проведении анализа не допускается мыть используемую посуду хромовой смесью.

4.2.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 каждая отбирают из микробюретки 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12,5 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,000004; 0,000008; 0,000012; 0,000016; 0,000020; 0,000025 г оксида хрома (III). Приливают 2,5 см^3 раствора серной кислоты, разбавляют водой до 30 см^3, приливают раствор марганцевокислого калия до появления розовой окраски раствора, нагревают до кипения и далее поступают, как указано в 4.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который хром не добавляли.

По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массам оксида хрома (III) строят градуировочный график.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю оксида хрома (III) X, %, вычисляют по формуле

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

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

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — аликвотная часть раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до четвертого и округляют до третьего десятичного знака при массовой доле оксида хрома (III) от 0,003 % до 0,050 % включительно и рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака при массовой доле оксида хрома (III) свыше 0,05 %.

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

Таблица 1

Массовая доля оксида хрома (III) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,003 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,05 » 0,20 »	0,01	0,02
» 0,20 » 0,50 »	0,03	0,04

5 Атомно-абсорбционный метод

Метод основан на разложении пробы сплавлением с карбонатом и тетраборатом натрия, выщелачивании плава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции хрома в пламени ацетилен — воздух при длине волны 357,9 нм.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

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

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 1.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

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

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

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.

Железо карбонильное, о с. ч.

Магний по ГОСТ 804.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

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

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,1936 г предварительно высушенного при температуре 150 °С двухромовокислого

калия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0004 г оксида хрома (III).

Раствор Б: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00005 г оксида хрома (III).

Раствор В: 50 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,00001 г оксида хрома (III).

Раствор-фон Г: 60 г углекислого натрия и 20 г пиросернокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см^3, растворяют в воде, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор-фон Д: 2,7 г алюминия, 1,8 г железа, 0,05 г магния и 0,4 г углекислого кальция помещают в стакан вместимостью 400 см^3, растворяют в 70 см^3 раствора соляной кислоты при нагревании. Отдельно при нагревании растворяют 0,1 г металлического титана в 20 см^3 раствора соляной кислоты и приливают к раствору, содержащему алюминий, железо, магний и кальций. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

Раствор-фон Е: 2,7 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 60 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 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 *Определение массовой доли оксида хрома с помощью градуировочного графика*

5.2.1.1 Навеску боксита массой 1 г помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 3 г смеси для сплавления. Далее разложение боксита, выщелачивание плава, обработку и приплавление остатка проводят, как указано в 4.2.1 ГОСТ 14657.2, но анализируемый раствор помещают в мерную колбу вместимостью не 500 см^3, а 250 см^3.

Раствор контрольного опыта готовят по 4.2.1 ГОСТ 14657.2, добавляя в мерную колбу вместимостью 250 см^3 25 см^3 раствора-фона Д.

Измеряют атомную абсорбцию хрома в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен-воздух при длине волны 357,9 нм при пятикратном увеличении сигнала.

Массу оксида хрома находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

5.2.1.2 Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 250 см^3 каждая отбирают по 25 см^3 раствора-фона Д, по 50 см^3 раствора-фона Г и добавляют 0; 2,0; 5,0; 10,0 см^3 раствора Б и 2,5; 5,0; 7,5; 12,5 см^3 раствора А, что соответствует 0; 0,00010; 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003 и 0,005 г оксида хрома (III). Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию хрома в растворах для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения атомной абсорбции хрома в растворе пробы в пламени ацетилен-воздух при длине волны 357,9 нм. Из значений атомной абсорбции растворов для построения градуировочного графика вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор хрома, и по полученным значениям и соответствующим им массам оксида хрома строят градуировочный график.

5.2.2 *Определение массовой доли оксида хрома методом добавок*

5.2.2.1 Навеску боксита в зависимости от массовой доли оксида хрома (таблица 2) помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 3 г смеси для сплавления и далее разложение боксита, выщелачивание плава, обработку и приплавление остатка проводят, как указано в 5.2.1 ГОСТ 14657.2, но анализируемый раствор помещают в мерную колбу вместимостью не 500 см^3, а 100 см^3.

Таблица 2

Массовая доля оксида хрома,%	Масса навески,г	Объем аликвотной части,см^3
0,01—0,025	1,0	20
0,025—0,05	1,0	10
0,05—0,1	0,5	10
0,1—0,25	0,5	5
0,25—0,5	0,1	10

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт, добавляя в мерную колбу вместимостью 100 см^3 при навеске боксита 0,1 г — 2,5 см^3 раствора-фона Е, при навеске боксита 0,5 г — 12,5 см^3 раствора-фона Е, при навеске боксита 1 г — 25 см^3 раствора-фона Е.

В зависимости от массовой доли оксида хрома в соответствии с таблицей 2 отбирают пять одинаковых аликвотных частей испытуемого раствора и переносят в пять мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая. Во все колбы, кроме первой, добавляют соответственно 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см^3 раствора В, что составляет 0,00001; 0,00002; 0,00005 и 0,0001 г оксида хрома (III). Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта разбавляют аналогично раствору пробы без добавления стандартного раствора хрома.

Измеряют атомную абсорбцию хрома в пяти растворах пробы параллельно с раствором контрольного опыта в пламени ацетилен-воздух при длине волны 357,9 нм. Из значений атомной абсорбции растворов пробы вычитают значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта.

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

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю оксида хрома (III) X, %, при определении с помощью градуировочного графика вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида хрома (III) в растворе пробы, найденная по градуировочному графику (5.2.1), г;

m — масса навески пробы, г.

5.3.2 Массовую долю оксида хрома (III) X, %, при определении методом добавок вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида хрома (III) в растворе пробы, найденная по графику (5.2.2), г;

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

5.3.3 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.4 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля оксида хрома (III) в боксите, %	Допускаемые расхождения, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,010 до 0,050 включ.	0,004	0,006
Св. 0,05 » 0,20 »	0,01	0,02
» 0,20 » 0,50 »	0,03	0,04

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, оксид хрома (III)

gost.e-ecolog.ru