УДК 622.349.21 : 546.76—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Метод определения оксида хрома (VI)

Bauxite. Method for the determination of chromium oxide (VI)

ГОСТ 14657.12—78

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.07.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли хрома в пересчете на оксид хрома (IV) от 0,005 до 0,5%.

Метод основан на переведении хрома в растворимый хромат окислительным сплавлением со смесью углекислого натрия и азотнокислого натрия и последующем фотоколориметрическом определении с дифенилкарбазидом в сернокислой среде.

(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.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 950°С.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм³, окисленный при нагревании раствором марганцовокислого калия.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой долей 0,01%.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

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

Ацетон по ГОСТ 2603—79. Если необходимо, ацетон подвергают перегонке при 56°С. Небольшие количества первой и последней фракций отбрасывают.

Дифенилкарбазид, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,25% в ацетоне или спирте. Раствор, окрашенный в бурый цвет, не пригоден для анализа.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1936 г бихромата калия предварительно высушенного при 150°С растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг оксида хрома (IV).

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг оксида хрома (IV).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 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 950°С в течение 20—30 мин.

Во избежание разбрызгивания пробу с плавнем предварительно выдерживают несколько минут при 600±20°С.

После сплавления пробы плав охлаждают, наружные стенки тигля обмывают водой, помещают тигель в стакан, в который прилито 80 см³ воды, добавляют 1 см³ спирта и нагревают на песочной бане до полного выщелачивания плава. Затем тигель вынимают из стакана и обмывают его горячей водой.

Раствор с осадком переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доливают до метки водой, 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 см³ (в зависимости от массовой доли хрома) в конические колбы вместимостью по 150 см³. К раствору в одной из колб добавляют 2 капли метилового оранжевого и титруют раствором серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм³ до изменения окраски раствора из желтой в розовую. К раствору в другой колбе приливают раствор серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм³ в количестве, которое пошло на титрование такой же аликвотной части раствора, и еще 2,5 см³. Затем приливают воды до объема 40 см³, раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски раствора и нагревают, не доводя до кипения, в течение 15 мин. Далее приливают по каплям раствор азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора, охлаждают и добавляют 0,5 г мочевины. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 2 см³ раствора дифенилкарбазида, воды 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 величине оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массовую долю оксида хрома (IV) по градуировочному графику.

При проведении анализа не допускается мыть используемую посуду хромовой смесью.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отбирают из микробюретки 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,004; 0,008; 0,012; 0,016; 0,020; 0,024 мг оксида хрома (IV). Приливают 2,5 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм³ серной кислоты, 2 см³ раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки, перемешивают и далее поступают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который хром не добавляли.

По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массовым долям оксида хрома (IV) строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — количество оксида хрома (IV), найденное по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — аликвотная часть раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

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

Массовая доля оксида хрома (VI) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 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

(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 83—79	2
ГОСТ 2603—79	2
ГОСТ 4168—79	2
ГОСТ 4197—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4220—75	2
ГОСТ 6691—77	2
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 24104—80	2

5. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.09.88 № 2909**

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

gost.e-ecolog.ru