

ГОСТ 14657.12—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# БОКСИТ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ХРОМА (III)

Издание официальное



БЗ 1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
Минск

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—96 от 12 апреля 1996 г)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
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

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

**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**

В настоящем 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 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.

#### 4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Вода, свободная от восстановителей: к 1000 см<sup>3</sup> воды приливают 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, окисленный при нагревании раствором марганцевокислого калия.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфонокислый 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 двуххромовокислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

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

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г оксида хрома (III).

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> воды, добавляют 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> (в зависимости от массовой доли хрома) в конические колбы вместимостью по 150 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>. Затем приливают воды до объема 40 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, предварительно ополоснутую водой, не содержащей восстановителей, приливают 2 см<sup>3</sup> 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.