

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЛЮМИНИЙ

Метод определения хрома

**ГОСТ
12697.5—77**

Aluminium.
Method for determination of chromium

**Взамен
ГОСТ 12701—67
в части разд. 2**

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения хрома в алюминии (при массовой доле хрома от 0,0002 до 0,1%).

Метод основан на окислении хрома марганцовокислым калием или надсерновокислым аммонием в присутствии катализатора до шестивалентного состояния и образовании в кислой среде растворимого соединения фиолетового цвета с дифенилкарбазидом.

Метод предусматривает два варианта проведения анализа без экстракции и с экстракцией хрома. Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 546$ нм.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы 2 и 4 моль/дм³.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1 : 10.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77, раствор с массовой долей 0,01%.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1%.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20%. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Метилловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 0,1 г/дм³.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1981 г., ноябре 1985 г., мае 1988 г.
(ИУС 1—82, 2—86, 8—88).

С. 2 ГОСТ 12697.5—77

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 0,02 моль/дм³.

Аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069—2001.

Раствор алюминия 20 и 25 г/дм³; готовят следующим образом: 2,0 или 2,5 г алюминия растворяют в 50 см³ гидроксида натрия при нагревании, после охлаждения переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Ацетон по ГОСТ 2603—79. Если необходимо, ацетон подвергают предварительно перегонке при 56 °С.

Дифенилкарбазид по НД, свежеприготовленные растворы с массовой долей 0,1 и 0,25% в ацетоне. Раствор, окрашенный в бурый цвет, для анализа непригоден. В случае проведения анализа с экстракцией раствор дифенилкарбазида применяют охлажденным до 5—10 °С.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 0,5 и 6 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь кислот: в стакан вместимостью 1000 см³ помещают 200 см³ концентрированной соляной кислоты, 200 см³ концентрированной азотной кислоты и 400 см³ воды. При постоянном перемешивании и охлаждении добавляют 120 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения смесь переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммония гексоцеронитрат [(NH₄)₂Ce(NO₃)₆], раствор 0,02 моль/дм³ по церию и 1 моль/дм³ по серной кислоте.

2,19 г гексоцеронитрата аммония растворяют в небольшом количестве воды и добавляют 25 см³ 4 моль/дм³ раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Метилизобутилкетон (МИБК) очищают следующим образом: в делительную воронку вместимостью 1000 см³ помещают 250 см³ МИБК, предварительно охлажденного до 5—10 °С, добавляют 250 см³ 0,5 моль/дм³ соляной кислоты такой же температуры, осторожно встряхивают в течение 1 мин и оставляют до расслоения фаз. Затем водную фазу сливают и отбрасывают. Очищенный МИБК сохраняют в сосуде с притертой пробкой.

Реактив применяют охлажденным до 5—10 °С.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 2%.

Растворы хрома стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1414 г предварительно высушенного при 150 °С двуххромовокислого калия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг хрома (Cr).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг хрома (Cr).

Раствор В; готовят перед употреблением следующим образом: отбирают пипеткой 50 см³ раствора Б в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг хрома.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Проведение анализа без экстракции

3.1. Навеску алюминия массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора гидроксида натрия, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. После охлаждения обмывают стекло и стенки стакана водой и приливают 4 моль/дм³ раствора серной кислоты в количестве, необходимом для перевода 0,25 г алюминия в серноокислый (3,5 см³), для создания кислотности 0,1 моль/дм³ в объеме 50 см³ (1,3 см³) и для нейтрализации гидроксида натрия.

Расход кислоты на нейтрализацию гидроксида натрия устанавливают титрованием 5 см³ раствора гидроксида натрия 4 моль/дм³ раствором серной кислоты в присутствии метилового оранжевого. Содержимое стакана нагревают до полного растворения гидроксида алюминия.

В зависимости от массовой доли хрома проводят определение из всей навески или переводя раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³. В последнем случае для анализа отбирают аликвотную часть раствора 5—10 см³ и разбавляют раствор до 25 см³ 0,25 моль/дм³ раствором серной кислоты.

Затем хром окисляют марганцовокислым калием или персульфатом аммония в присутствии азотнокислого серебра.

При окислении хрома марганцовокислым калием добавляют его по каплям до появления розовой окраски и нагревают раствор, не доводя до кипения в течение 15 мин. Если во время нагревания розовая окраска исчезнет, то добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до ее появления.

При окислении хрома персульфатом аммония к раствору прибавляют 2 капли раствора сернокислого марганца, 1 см³ раствора азотистокислого серебра и нагревают раствор до кипения. В стакан помещают несколько бусинок для равномерного кипения раствора. Добавляют 5 см³ персульфата аммония, перемешивают раствор, накрывают стакан часовым стеклом и кипятят раствор на песчаной бане в течение 10 мин для разрушения избытка персульфата аммония. При этом должна появиться розовая окраска марганцовой кислоты, что является признаком полного окисления хрома.

После окисления хрома тем или иным способом для удаления избытка марганцовой кислоты добавляют в горячий раствор по каплям раствор азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора. Для удаления избытка азотистокислого натрия можно добавить 0,5 г мочевины.

После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 3 см³ ортофосфорной кислоты, 3 см³ раствора дифенилкарбазида с массовой долей 0,25%, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волн 546 нм. При соотношении ванадия к хрому не более 10:1 измерение можно проводить через 3 мин.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого в стакан вместимостью 100 см³ помещают 4 моль/дм³ раствора серной кислоты в количестве на 3,5 см³ меньше, чем для испытуемого раствора и осторожно вливают 5 см³ раствора гидроксида натрия и проводят анализ, как указано в п. 3.1.1.

Массу хрома определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта. При проведении анализа не допускается мыть используемую посуду хромовой смесью.

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см³ помещают 10 см³ раствора алюминия концентрации 25 г/дм³, приливают из микробюретки 0; 1; 2; 3; 4; 6; 8; 10 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,008; 0,012; 0,016; 0,020; 0,025 мг хрома, добавляют необходимое количество 4 моль/дм³ серной кислоты, нагревают до растворения гидроксида алюминия, охлаждают и добавляют 3 см³ ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:10, проводят анализ, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который хром не добавлялся. По полученным значениям оптических плотностей и известным массам хрома строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3.3. Проведение анализа с экстракцией

3.3.1. 1 г пробы растворяют в 50 см³ смеси кислот, добавляя ее небольшими порциями в стакан вместимостью 250 см³, покрытый часовым стеклом.

При растворении алюминия особой чистоты для ускорения растворения перед прибавлением смеси кислот в стакан помещают 1 см³ раствора хлористого никеля.

После прекращения реакции часовое стекло и стенки стакана смывают небольшим количеством воды, затем раствор упаривают до появления паров серного ангидрида и продолжают нагревание еще 10 мин. Раствор охлаждают, добавляют 40—60 см³ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Если из раствора выпадает осадок кремниевой кислоты, то раствор фильтруют через фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают несколько раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют фильтр с осадком и затем прокаливают при температуре 1000° С в течение 20 мин.