

ГОСТ 14657.11—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ГАЛЛИЯ

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 Республика Белоруссия Республика Казахстан Российская Федерация Туркменистан Украина	Азгосстандарт Госстандарт Белоруссии Госстандарт Республики Казахстан Госстандарт России Главная государственная инспекция Туркменистана 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

© 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 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 Боксит. Общие требования к методам химического анализа
- ГОСТ 14657.2—96 Боксит. Методы определения диоксида кремния
- ГОСТ 17746—79 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 А п п а р а т у р а , р е а к т и в ы и р а с т в о р ы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Пробирки с притертыми пробками вместимостью не менее 10 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1 и 6 моль/дм³.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Раствор хлорида титана (III): 6 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 60 см³ 6 моль/дм³ раствора соляной кислоты при умеренном нагревании. Раствор 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.