

**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 перевождении хрома в растворимый хромат окислительным сплавлением со смесью углекислого натрия и азотнокислого натрия и последующем фотоколориметрическом определении с дифенилкарбазидом в сернистой 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.

Электродпечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 950°C.

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<sup>3</sup>.

**Издание официальное**

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм<sup>3</sup>, 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.

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

Ацетон по ГОСТ 2603—79. Если необходимо, ацетон подвергают перегонке при 56°C. 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 двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1936 г бихромата калия предварительно высушенного при 150°C растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг оксида хрома (IV).

Раствор Б; готовят следующим образом: 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 0,002 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°C в течение 20—30 мин.

Во избежание разбрызгивания пробу с плавленем предварительно выдерживают несколько минут при 600±20°C.

После сплавления пробы плаву 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 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 см<sup>3</sup>, 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 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 с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм<sup>3</sup> до изменения окраски раствора из желтой в розовую. К раствору в другой колбе приливают раствор серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм<sup>3</sup> 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 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 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, воды до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум поглощения 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 см<sup>3</sup> отбирают из микробюретки 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12 см<sup>3</sup> раствора Б, что соответствует 0; 0,004; 0,008; 0,012; 0,016; 0,020; 0,024 мг оксида хрома (IV). Приливают 2,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм<sup>3</sup> серной кислоты, 2 см<sup>3</sup> 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

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

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

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — аликвотная часть раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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. Медве-  
дева, 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 ко- торый 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]