УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Методы определения окиси алюминия

Titanomagnetite ores, ironvanadium concentrates, agglomerates and pellets. Methods for determination of aluminium oxide

ГОСТ 18262.6—88

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения окиси алюминия при массовой доле от 1 до 15 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании комплекса алюминия с трилоном Б, с последующим титрованием избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого при pH 5,5—5,8.

Алюминий отделяют от мешающих компонентов (Fe, Ti) сплавлением навески с перекисью натрия и выщелачиванием плава в воде. Влияние ванадия устраняют перекисью водорода, которую вводят в раствор перед титрованием.

2.1. Аппаратура и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 800 °С.

Тигли железные.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069 (не менее 99,9 %).

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Натрия перекись.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Буферный раствор: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды, приливают 30 см³ ледяной уксусной кислоты и перемешивают (pH=5,7—5,8).

Соль динатриевая этилендиамин — N,N,N′,N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 9,3 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, доливают водой до 1 дм³, перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору алюминия, проведенному через стадии анализа. Для этого в железном тигле сплавляют 6 г перекиси натрия в соответствии с п. 2.2.2. После выщелачивания плава в воде в раствор приливают 10—15 см³ стандартного раствора алюминия, кипятят в течение 10—15 мин и далее продолжают анализ в соответствии с пп. 2.2.2 и 2.2.3.

Массовую концентрацию *(C)* раствора трилона Б в граммах окиси алюминия на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_1}{V \cdot V_1 K},$$

где m_1 — масса окиси алюминия в аликвоте стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, взятый для определения массовой концентрации, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — коэффициент, определяющий соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка по п. 2.2.5.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Никель двухлористый 6-водный по ГОСТ 4038, раствор массовой концентрации 20 г/дм³.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 см³ воды, приливают 5 см³ уксусной кислоты, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.

Стандартный раствор алюминия: 1,0584 г алюминия растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют несколько капель азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора и кипятят до удаления окислов азота. Для ускорения растворения

алюминия в соляной кислоте разложение ведут в присутствии платиновой спирали, которую перед окислением извлекают из раствора, или в присутствии 1 см³ раствора хлористого никеля. Охлажденный раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,002 г окиси алюминия.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, смесь с хлористым калием в массовом соотношении 1:100.

Фенолфталеин, индикатор по нормативно-технической документации, спиртовой раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески и аликвота анализируемого раствора в зависимости от массовой доли окиси алюминия указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г	Аликвота, см³
1—3	1,0	100
3—5	0,5	100
5—15	0,5	50

2.2.2. Навеску помещают в железный тигель, прибавляют 4 . 6 г перекиси натрия и сплавляют в муфельной печи при 750—800 °С до получения однородного плава. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см³ и выщелачивают плав в 150 см³ воды. Раствор кипятят в течение 15—20 мин для разложения перекиси водорода и разрушения пероксидного комплекса титана, который после этого полностью переходит в осадок. Тигель вынимают, обмывают водой, раствор охлаждают вместе с осадком переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.2.3. Аликвоту раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ раствора трилона Б, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, по индикатору фенолфталеину до обесцвечивания раствора, прибавляют 15 см³ буферного раствора и кипятят в течение 3—4 мин. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ перекиси водорода и выдерживают раствор в течение 10 мин.

Титруют избыток трилона Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии 30—40 мг ксиленолового оранжевого до перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

2.2.4. Для внесения поправки на содержание окиси алюминия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

2.2.5. Для определения соотношения между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка с учетом контрольного опыта в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают аликвоту раствора контрольного опыта, равную аликвоте раствора пробы. При необходимости раствор разбавляют водой примерно до 100 см³, приливают из бюретки 20 см³ раствора трилона Б, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, в присутствии фенолфталеина и продолжают определение в соответствии с п. 2.2.3.

Коэффициент (K), определяющий соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка, вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где V — объем раствора трилона Б, взятый для определения коэффициента K, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю окиси алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot C \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б, взятый для связывания алюминия, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — коэффициент, определяющий соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

C — массовая концентрация раствора трилона Б по окиси алюминия, г/см³;

m — масса навески высушенной пробы в объеме раствора, используемого для титрования, г.

2.3.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютно допускаемое расхождение, %
От 1 до 2 включ	0,1
Св. 2 » 5 »	0,2
» 5 » 10 »	0,3
» 10 » 15 »	0,4

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомного поглощения алюминия при длине волны 309,3 нм. Для атомизации раствора используют пламя закись азота-ацетилен.

3.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000– 1100 °С.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, снабженный горелкой для пламени закись азота-ацетилен и источником излучения для алюминия.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Закись азота газообразная.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий нагревают постепенно до температуры 350—400 °С и прокаливают при указанной температуре в течение 2 ч.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и прокаленный тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 4:1 и измельчают.

Железо карбонильное, ос. ч.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069 (не менее 99,9 %).

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3.

Никель двухлористый 6-водный по ГОСТ 4038, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Фоновый раствор железа: 10 г железа карбонильного растворяют в стакане вместимостью 800 см^3 в 300 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют азотной кислотой, приливая ее по каплям до прекращения вспенивания раствора. После охлаждения раствор разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 0,01 г железа.

Стандартные растворы алюминия: раствор А и раствор Б.

Раствор А: 1,0584 г алюминия растворяют при нагревании в 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют несколько капель азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора и кипятят до удаления окислов азота. Для ускорения растворения алюминия в соляной кислоте разложение ведут в присутствии пла-

тиновой спирали, которую перед окислением извлекают из раствора, или 1 см³ раствора хлористого никеля. Охлаждают раствор, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 0,002 г окиси алюминия.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,0002 г окиси алюминия.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. *Щелочное сплавление*

Навеску массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, тщательно перемешивают с 2,5 г смеси для сплавления, засыпают сверху еще 0,5 г смеси и сплавляют в течение 15—20 мин при 950—1050 °С. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения плава.

3.2.2. *Кислотное растворение с доплавлением нерастворимого остатка*

Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой, приливают 15—20 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и медленно нагревают до растворения навески. Добавляют 2—3 капли азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота. Обмывают часовое стекло водой, добавляют 1 см³ перекиси водорода и выпаривают раствор до влажных солей. К остатку приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Растворяют соли при нагревании в 10 см³ соляной кислоты, приливают 30—40 см³ воды, нагревают до кипения и фильтруют на фильтр средней кислотности, уплотненный фильтробумажной массой.

Осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50, затем горячей водой до исчезновения желтой окраски фильтра. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, прокаливают при 500—600 °С. К остатку приливают 1—2 капли воды, 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток сплавляют с 1 г углекислого натрия в муфельной печи при 950—1050 °С до получения однородного плава. После охлаждения плав выщелачивают в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:50, и полученный раствор присоединяют к основному раствору. Объединенный раствор, если необходимо, выпаривают до объема 70—80 см³.

3.2.3. Раствор, полученный по п. 3.2.1 или 3.2.2, переливают в в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвоту анализируемого раствора (в соответствии с табл. 3) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора хлористого калия, соответствующее количество фонового раствора железа, доливают водой до метки, перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Аликвота раствора, см³	Масса окиси алюминия в аликвоте, мг	Объем раствора железа, см³
От 0,1 до 5,0	50	0,25—12,5	—
Св. 5,0 » 10,0	20	5—10	5
» 10,0 » 15,0	10	5,0—7,5	8

3.2.4. Раствор распыляют в пламени закись азота-ацетилен и измеряют абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм.

Абсорбцию каждого раствора измеряют не менее двух раз и для расчета берут среднее арифметическое из двух значений абсорбции.

После каждого раствора пробы распыляют воду до получения нулевого показания прибора.

3.2.5. Для внесения поправки на содержание окиси алюминия в реактивах одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям абсорбции исследуемого раствора за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта находят содержание окиси алюминия по градуировочному графику или методом сравнения.

3.2.6. Для определения окиси алюминия могут быть использованы растворы, полученные для определения окиси кальция и окиси магния по п. 3.2.1 или 3.2.2 ГОСТ 18262.7. При использовании указанных растворов необходимо подобрать соответствующую аликвоту и выравнять кислотность испытуемых растворов и растворов градуировочного графика.

3.2.7. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ приливают 1, 2, 3, 4, 5 см³ стандартного раствора алюминия (раствор Б), что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010 г окиси алюминия (при массовой доле окиси алюминия от 0,1 до 0,4 %) или 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 см³ стандартного раствора алюминия (раствор А), что соответствует 0,001; 0,002; 0,005; 0,010; 0,015 г окиси алюминия (при массовой доле окиси алюминия от 0,4 до 15 %). Затем во все колбы приливают по 20 см³ раствора хлористого калия, по 10 см³ фонового раствора железа, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют абсорбцию алюминия, как указано в п. 3.2.4.

Раствор шестой колбы, не содержащий стандартный раствор алюминия, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

По найденным значениям абсорбции растворов для градуировочного графика за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта и соответствующим им концентрациям окиси алюминия строят градуировочный график.

Примечание. Поскольку диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, то предлагаемые концентрации элемента при определении в пробах (табл. 1) и в растворах градуировочного графика (п. 3.2.7) необходимо считать рекомендуемыми.

3.2.8. Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают стандартный раствор алюминия А или Б в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию окиси алюминия, приливают по 20 см³ хлористого калия, по 10 см³ раствора железа, доливают водой до метки, и перемешивают. Измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 3.2.4.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю окиси алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах при использовании градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса окиси алюминия в объеме используемого для измерения раствора, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески высушенной пробы в объеме раствора, используемого для измерения, г.

3.3.2. Массовую долю окиси алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1},$$

где m_1 — масса окиси алюминия в растворе сравнения, г;

m — масса навески высушенной пробы в объеме раствора, используемого для измерения, г;

A — значение абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

A_1 — значение абсорбции раствора сравнения за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта.

3.3.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), Н. А. Зобнина, Н. Н. Шавкунова, Ю. В. Баринов, К. Е. Юрочкина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.12.88 № 4190

3. **Срок первой проверки** — 1998 г.
Периодичность проверки — 8 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 18262.6—72**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2.1	ГОСТ 5823—78	2.1
ГОСТ 83—79	3.1	ГОСТ 6563—75	3.1
ГОСТ 3117—78	2.1	ГОСТ 10484—78	3.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1	ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 4038—79	2.1, 3.1	ГОСТ 10929—76	2.1, 3.1
ГОСТ 4199—76	3.1	ГОСТ 11069—74	2.1, 3.1
ГОСТ 4204—77	3.1	ГОСТ 18262.0—88	1
ГОСТ 4234—77	2.1, 3.1	18262.7—88	3.2.6
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1	ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 5457—75	3.1		

gost.e-ecolog.ru