УДК 622.349.3-15:546.621-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения окиси алюминия

Raremetallic concentrates.
Method for the determination
of alumina

ГОСТ
25702.1—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3359 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает комплексонометрический метод определения окиси алюминия в ильменитовом (при массовой доле от 2 до 6 %), иттросинхизитовом (при массовой доле от 2 до 3 %) и цирконовом (при массовой доле от 1,5 до 3 %) концентратах.

Метод основан на связывании алюминия и других катионов при pH 5,0—6,0 в комплексонаты трилоном Б, оттитровывании избытка трилона Б раствором соли цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого, последующем разрушении комплексоната алюминия избытком фторида натрия и титровании выделившегося эквивалентного алюминию количества трилона Б раствором соли цинка. Мешающие элементы отделяют осаждением гидратом окиси натрия.

При возникновении разногласий в оценке качества ильменитового и иттросинхизитового концентратов по содержанию окиси алюминия вскрытие концентратов производят соответственно по п. 3.1.1 или п. 3.2.2.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)*

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 1000 °С.

Тигли платиновые вместимостью 30 см³.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 см³.

Колбы конические вместимостью 500 см³.

Колбы мерные вместимостью 50 и 1000 см³.

Пипетки вместимостью 1,5 и 10 см³ с делениями.

Банка полиэтиленовая вместимостью 300 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 и 300 см³.

Ступка с пестиком.

Цилиндры мерные вместимостью 50 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с молярной концентрацией 6 моль/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:10.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³, хранят в полиэтиленовой банке.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—76, обезвоженный.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Смесь для сплавления, состоящая из семи массовых частей углекислого натрия и трех массовых частей обезвоженной буры.

Натрий уксуснокислый (трехводный) по ГОСТ 199—78.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³, хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

α-динитрофенол (2,4-динитрофенол), насыщенный раствор; готовят следующим образом: навеску массой 0,6 г растворяют на холоду в 100 см³ воды.

Ксиленоловый оранжевый.

Индикаторная смесь; готовят следующим образом: навеску ксиленолового оранжевого массой 0,1 г тщательно растирают в ступке с 10 г хлористого натрия; смесь устойчива продолжительное время.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,02 моль/дм³ готовят следующим образом: навеску трилона Б массой 7,4448 г растворяют в воде при нагревании, охлаждают, фильтруют, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Буферный ацетатный раствор с pH 5,8—6,0; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого натрия (трехводного) растворяют в воде, добавляют 20 см³ уксусной кислоты и доводят объем до 1000 см³.

Цинк гранулированный.

Цинк хлористый, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ готовят следующим образом:

0,6538 г металлического цинка растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³ при слабом нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора соответствует 0,0005098 г окиси алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1. **Реактивы и растворы для анализа ильменитового концентрата**

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³ в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³.

Натрия перекись.

Гексаметоксикрасный, спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы для анализа иттросинхизитового концентрата**

Стаканы кварцевые вместимостью 100 см³.

Стекло часовое.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Смесь кислот «борфтористоводородная»; готовят следующим образом: 100 см³ фтористоводородной кислоты смешивают с 46 г борной кислоты в полиэтиленовой посуде.

2.3. Аппаратура, реактивы и растворы для анализа цирконового концентрата

Тигли никелевые вместимостью 30 см³.

Тигли серебряные вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 см³.

Стекло часовое.

Натрия перекись.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. **Анализ ильменитового концентрата**

Вскрытие ильменитового концентрата производят одним из следующих способов.

3.1.1. Навеску пробы массой 0,1 г сплавляют в платиновом тигле с 1 г смеси углекислого натрия и буры (7:3) при 900 °С в течение 20—30 мин. Плав выщелачивают 20 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³ при слабом нагревании в стакан вместимостью 100 см³ и добавляют 1 см³ раствора хлорного железа. Полученный раствор вливают медленно при помешивании в горячий раствор гидроокиси натрия (в стакан помещают 150 см³ воды, добавляют 12 см³ раствора гидроокиси натрия и раствор нагревают почти до кипения). Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 500 см³. Осадок на фильтре дважды промывают горячей водой и отбрасывают.

3.1.2. В тигель из стеклоуглерода помещают 3 г гидроокиси натрия, нагревают на плитке до расплавления и охлаждают. На застывшую щелочь помещают навеску пробы массой 0,1 г, покрывают сверху 0,5 г перекиси натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре 700 °С в течение 20—30 мин. Плав выщелачивают 100 см³ горячей воды, обмывая тигель несколько раз водой. В раствор добавляют 1 см³ раствора хлорного железа, перемешивают и кипятят раствор с осадком 2—3 мин. Раствор фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 500 см³. Осадок на фильтре дважды промывают горячей водой и отбрасывают.

3.1.3. К щелочным растворам, полученным по п. 3.1.1 или 3.1.2, добавляют 5 капель раствора гексаметоксикрасного и раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³ до изменения окраски раствора в фиолетово-красный цвет. При-

ливают 1 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, нагревают раствор в течение 5 мин до 50 °С, приливают 10 см³ раствора трилона Б, 5—7 капель раствора α-динитрофенола, раствор аммиака до изменения окраски раствора в желтый цвет, 30 см³ ацетатного буферного раствора, нагревают раствор до кипения и кипятят 2—3 мин. После охлаждения в раствор добавляют 0,1 г индикаторной смеси и титруют избыток трилона Б раствором хлористого цинка до изменения окраски раствора из желтой в красно-фиолетовую. К раствору приливают 30 см³ раствора фтористого натрия и кипятят 3—4 мин. Вследствие разрушения комплексоната алюминия окраска раствора снова становится желтой. К охлажденному раствору добавляют еще ~0,05 г индикаторной смеси и титруют выделившийся трилон Б раствором хлористого цинка до перехода окраски раствора из желтой в устойчивую красно-фиолетовую. Количество раствора хлористого цинка, израсходованное на титрование во второй раз, эквивалентно содержанию алюминия в растворе.

3.1.1—3.1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2. **Анализ иттросинхизитового концентрата**

Вскрытие иттросинхизитового концентрата проводят одним из следующих способов.

3.2.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый стакан или тигель из стеклоуглерода, приливают 10 см³ смеси азотной и соляной кислот (1:3), накрывают часовым стеклом и выпаривают до тех пор, пока не останется около 1 см³ раствора. Часовое стекло и стенки стакана (тигля) обмывают водой, приливают в кварцевый стакан 2 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, 2—3 см³ борфтористой смеси и упаривают до влажных солей. Если разложение ведут в тигле из стеклоуглерода, то приливают 2 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ фтористоводородной кислоты и упаривают досуха. Затем в обоих случаях дают еще 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и операцию упаривания повторяют. К осадку приливают 10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³, 15 см³ воды и нагревают до растворения осадка.

3.2.2. Навеску пробы массой 0,1 г сплавляют в платиновом тигле с 1 г смеси углекислого натрия и буры (7:3) при 900 °С в течение 20—30 мин. Плав смачивают 0,5 см³ воды, добавляют по каплям 3 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ фтористоводородной кислоты и упаривают досуха. К осадку добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³, 15—20 см³ воды, нагревают и переносят в ста-

кан вместимостью 100 см³, обмывая тигель 10 см³ воды. Затем содержимое стакана нагревают до растворения осадка.

3.2.3. Растворы, полученные по п. 3.2.1 или 3.2.2, вливают медленно при перемешивании в горячий раствор гидроокиси натрия (в стакан помещают 75 см³ воды, 6 см³ раствора гидроокиси натрия и раствор нагревают почти до кипения). Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 500 см³. Осадок на фильтре промывают дважды горячей водой. Промытый осадок растворяют на фильтре 10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³, промывают фильтр 5 см³ воды и полученный раствор вливают в горячий раствор гидроокиси натрия, приготовленный, как описано выше. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 500 см³. Осадок на фильтре промывают дважды горячей водой и отбрасывают. К объединенным фильтратам добавляют 5—7 капель раствора α-динитрофенола и раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³ до тех пор, пока раствор не станет бесцветным. Затем приливают 10 см³ раствора трилона Б, раствор аммиака до изменения окраски в желтый цвет, 30 см³ ацетатного буферного раствора, нагревают раствор до кипения и кипятят 2—3 мин. После охлаждения в раствор добавляют ~0,1 г индикаторной смеси и титруют избыток трилона Б раствором хлористого цинка до изменения окраски из желтой в красно-фиолетовую. Затем приливают 40 см³ раствора фтористого натрия и кипятят 3—4 мин. Вследствие разрушения комплексоната алюминия окраска раствора снова становится желтой. К охлажденному раствору добавляют еще ~0,05 г индикаторной смеси и выделившийся трилон Б титруют раствором хлористого цинка до перехода окраски из желтой в устойчивую красно-фиолетовую. Количество раствора хлористого цинка, израсходованное на титрование во второй раз, эквивалентно содержанию алюминия в растворе.

3.2.1; 3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. **Анализ цирконового концентрата**

3.3.1. В никелевый, серебряный или стеклоуглеродный тигель помещают 3 г гидроокиси натрия и нагревают на плитке до расплавления. После охлаждения тигля на застывшую гидроокись натрия помещают навеску тонкоизмельченной пробы массой 0,3 г, покрывают сверху тонким слоем перекиси натрия (~1 г). Содержимое тигля сплавляют в муфельной печи в течение 20 мин при 700 °С до получения однородной массы. После охлаждения тигля плав выщелачивают 100 см³ горячей воды в стакан вместимостью

300 см³, обмывая тигель несколько раз водой. Стакан накрывают часовым стеклом, кипятят раствор с осадком 5 мин. После отстаивания осадка раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 500 см³, осадок на фильтре дважды промывают горячей водой. Полученный раствор разбавляют водой до 200 см³, нейтрализуют соляной кислотой по фенолфталеину, затем по универсальной индикаторной бумаге до pH 5. К раствору приливают 10 см³ раствора трилона Б, нагревают до 50 °С и еще раз проверяют значение pH среды с помощью универсальной индикаторной бумаги (pH 5,5).

К полученному нейтральному раствору приливают 20 см³ ацетатного буферного раствора, нагревают раствор до кипения и кипятят 2—3 мин. В охлажденный раствор вводят 0,1—0,2 г индикаторной смеси и избыточное количество трилона Б титруют раствором хлористого цинка до изменения окраски титруемого раствора из желтой в красно-фиолетовую. Затем к раствору прибавляют 30 см³ раствора фтористого натрия, раствор снова кипятят 3 мин. Вследствие разрушения комплексоната алюминия окраска раствора вновь становится желтой. К охлажденному раствору добавляют еще ~0,05 г индикаторной смеси и выделившийся трилон Б титруют раствором хлористого цинка до перехода окраски из желтой в красно-фиолетовую. Количество раствора хлористого цинка, израсходованное на титрование во второй раз, эквивалентно содержанию алюминия в растворе.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси алюминия (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100 \cdot K}{m},$$

где T — титр раствора хлористого цинка, выраженный в г/см³ окиси алюминия;

V — объем раствора хлористого цинка, израсходованный при титровании, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице.

Анализируемый концентрат	Массовая доля окиси алюминия, %	Допускаемое расхождение, %
Ильменитовый	2,0	0,2
	4,0	0,4
	6,0	0,6
Иттросинхизитовый	2,0	0,2
	3,0	0,3
Цирконовый	1,0	0,1
	2,0	0,2
	3,0	0,3

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru