ГОСТ Р 50332.1—92
(ИСО 804—76, ИСО 2073—76)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОДЫ РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОБЫ И ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ

Издание официальное

БЗ 7—92/817

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.712:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГЛИНОЗЕМ

Методы разложения пробы и приготовления растворов

Alumina. Methods for the decomposition of test sample and the preparation of test solution

ОКСТУ 1711

ГОСТ Р 50332.1—92

(ИСО 804—76, ИСО 2073—76)

Дата введения 01.01.94

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает методы приготовления раствора пробы разложением пробы сплавлением или кислотами под давлением (по ИСО 804—76), а также метод обработки соляной кислотой под давлением по международному стандарту ИСО 2073—76 (см. приложение).

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ Р 501158 Глинозем. Методы подготовки проб.

ГОСТ Р 50153 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

ГОСТ Р 50332.0 Глинозем. Общие требования к методам анализа.

3 МЕТОД РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОБЫ СПЛАВЛЕНИЕМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении пробы со смесью углекислого натрия и борной кислоты или углекислого натрия и тетраборнокислого натрия и последующем выщелачивании плава *водой* или растворами азотной или *серной кислоты*. pH раствора должен быть 1 при разбавлении до объема 500 см³ или 0,4 — до объема 250 см³.

3.2. Реактивы и аппаратура

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 8 моль/дм³.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при 400°С.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Лантан хлористый кристаллический ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$).

Стандартное лабораторное оборудование

Платиновая чаша с плоским дном, диаметром приблизительно 70 мм и глубиной 35 мм с платиновой крышкой.

Электрическая печь с температурой (500±50)°С.

Электрическая печь с регулятором температуры, обеспечивающая температуру нагрева от 1000 до 1025°С (*1100°С*).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборнокислого натрия помещают в платиновую чашку или тигель и перемешивают. Добавляют 5 г пробы и вновь тщательно перемешивают. Чашку или тигель накрывают крышкой и помещают в печь с температурой (500±50)°С (500°С). Выдерживают при этой температуре до прекращения бурной реакции. Затем температуру постепенно повышают до 1000—1025°С (*1100°С*) и выдерживают при этой температуре в течение 20—30 мин до получения гомогенного подвижного плава. Чашку или тигель вынимают из печи и охлаждают.

3.3.1.1. *Если раствор пробы используют для фотометрического определения диоксида кремния, фосфорно-вольфраматно-фотометрического определения оксида ванадия, атомно-абсорбционного или фотометрического определения оксида железа (III) и оксида цинка или атомно-абсорбционного определения оксида марганца, оксида хрома (III) и оксида кальция,* то плав выщелачивают горячей водой и переносят раствор в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 50 см³ раствора азотной кислоты. В чашку или тигель помещают 35 см³ раствора азотной кислоты, нагревают до растворения остатка и переносят раствор в тот же стакан, обмывая чашку или тигель водой. Раствор нагревают и выдерживают при температуре, близкой к точке кипения, до полного растворения гидроксида алюминия. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. *(В случае приготовления раствора для определения оксида кальция, перед доведением объема раствора до метки добавляют 0,7 г хлористого лантана).*

При помутнении раствора, что указывает на неполное разложение, разложение следует повторить на новой навеске глинозема, которую измельчают до частиц размером 0,05 мм.

3.3.1.2. Если раствор пробы используют для фотометрического определения оксида железа (III), диоксида титана, оксида фосфора, оксида хрома (III), а также оксида ванадия (V) с N-бензоил-N-фенигидроксиламином или полярографического определе-

ния оксида цинка, то плав выщелачивают горячей водой и переносят раствор в стакан вместимостью 400 см³, содержащей 50 см³ раствора серной кислоты. В чашку или тигель помещают 35 см³ раствора серной кислоты, нагревают до растворения остатка, переносят раствор в тот же стакан и далее поступают согласно п. 3.3.1.1.

3.3.2. Одновременно с приготовлением раствора пробы готовят раствор контрольного опыта следующим образом: в платиновую чашку или тигель помещают смесь углекислого натрия и борной кислоты или углекислого натрия и тетраборнокислого натрия в количестве согласно п. 3.3.1. Чашку или тигель накрывают крышкой и расплавляют смесь при температуре 900°С только до получения плава. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой при нагревании.

3.3.2.1. Если раствор пробы готовят согласно п. 3.3.1.1, то раствор плава переносят в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 48 см³ раствора азотной кислоты.

В другую чашку или тигель помещают 37 см³ раствора азотной кислоты, осторожно выпаривают до объема 1—2 см³, затем остаток растворяют горячей водой и переносят в тот же стакан. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3.2.2. Если раствор пробы готовят согласно п. 3.3.2.1, то раствор плава переносят в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 48 см³ раствора серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

4. МЕТОД РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОБЫ КИСЛОТАМИ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Метод основан на разложении пробы смесью соляной и серной кислот в закрытом сосуде под давлением.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бомба с завинчивающейся крышкой, изготовленная из кислотоустойчивой стали, внутренние размеры которой должны обеспечивать свободное вложение и извлечение тефлонового тигля.

Тигель тефлоновый с крышкой, высотой 50 мм, внешним диаметром не более 40 мм и внутренним диаметром не менее 30 мм.

Приспособление для закручивания и откручивания колпака бомбы.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагревания до 250°С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Смесь соляной и серной кислот в соотношении 10 : 1.

Вода, дважды дистиллированная в кварцевом аппарате.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в тефлоновый тигель, добавляют 8 $см^3$ смеси кислот, тигель накрывают крышкой и помещают внутрь бомбы, затем плотно прикручивают колпак бомбы. Бомбу помещают в сушильный шкаф с температурой 220°С и оставляют в нем на 12 ч. Затем бомбу вынимают из шкафа, охлаждают, откручивают колпак, извлекают тефлоновый тигель и переносят раствор из тигля в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Тигель обмывают дважды дистиллированной водой в эту же колбу, затем доливают до метки дважды дистиллированной водой и перемешивают.

4.2.2. Раствор контрольного опыта готовят аналогичным методом, но без навески пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА ДЛЯ АНАЛИЗА. МЕТОД ОБРАБОТКИ СОЛЯНОЙ КИСЛОТОЙ ПОД ДАВЛЕНИЕМ (ИСО 2073—76)

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод растворения глинозема, используемого преимущественно для производства алюминия, при помощи обработки соляной кислотой под давлением в запаянной трубке из боросиликатного стекла с целью получения исследуемого раствора для некоторых определений

Метод неприменим для приготовления исследуемых растворов для определения содержания кремния, натрия и бора из-за возможности извлечения этих элементов из стекла.

Примечание. Соляную кислоту можно заменить другой подходящей кислотой. В этом случае эта кислота должна быть заявлена в методе испытания на примеси.

2. Ссылки

ГОСТ Р 50151 Глинозем. Технические условия.
ГОСТ Р 50153 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

3. Сущность метода

Обработка исследуемого материала соляной кислотой под давлением в запаянной трубке из боросиликатного стекла, нагреваемой в электрической печи при контролируемых температурах 250 или 275°С.

4. Реактивы

При анализе применяют реактивы, квалификации ч.д.а., дистиллированную воду или воду эквивалентного качества.

4.1. Соляная кислота плотностью 1,19 г/см³, 38 %-ный раствор.

5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и указанная в пп. 5.1—5.8.

5.1. Трубки из боросиликатного стекла, имеющие толстые стенки (толщиной 2,4 мм) и внешний диаметр 16 мм.

5.2. Стержень из боросиликатного стекла диаметром около 4 мм.

5.3. Оборудование для выдувания стекла.

5.3.1. Газовая горелка, питаемая смесью горючего газа и кислорода с соответствующими напорами

5.3.2. Источники обычного горючего газа и кислорода.

5.3.3. Резец для стекла.

5.3.4. Защитные очки темные.

5.3.5. Воздуходувка с резиновой трубкой, связанная с газовой горелкой.

5.4. Карандаш для маркировки стекла, выдерживающий высокие температуры.

5.5. Держатель для трубок для удержания трубок в вертикальном положении или

5.5.1. Держатель для трубок для удержания трубок в наклонном положении под углом 30°.

5.6. Воронка диаметром приблизительно 40 мм с короткой трубкой.

5.7. Электрическая печь, способная поддерживать температуры (250±5)°С и (275±5)°С.

5.8. Защитные стальные трубки внутренним диаметром 25 мм и длиной 260 или 310 мм согласно длинам используемых стеклянных трубок (п. 5.1), имеющие резьбу для плотного завинчивания крышек на обоих концах. По длине защитной трубки через случайные интервалы должны быть просверлены отверстия диаметром 6—8 мм. Эта трубка необходима, чтобы защитить внутреннее оборудование печи и соседние трубки в случае, если реакция приведет к взрыву. Отверстия нужны для выхода газов в случае разрушения реакционной трубки и избежания роста давления внутри защитной трубки.

6. Проведение испытания

6.1. Испытуемый материал.

Взвешивают навески от пробы глинозема, подготовленной по ГОСТ массой 0,001, 1 или 2 г, высушенного при 300°С глинозема.

6.2 Обработка испытуемого материала

6.2.1. Подготовка трубок

От длинной трубки (п. 5.1) отрезают отрезки длиной 250 мм для испытуемой навески глинозема массой 1 г и 300 мм для навески массой 2 г. Трубки очищают в очищающем растворе и промывают в дистиллированной воде, а затем сушат приблизительно при 125°С и охлаждают. Один конец каждой трубки в пламени горелки запаивают и ему придают полусферическую форму. Необходимо избегать увеличения или уменьшения толщины трубки и отжигать их для снятия напряжений. Для отжига используют уменьшенное пламя (желтое пламя, получаемое уменьшением расхода кислорода без регулирования расхода газа), которым нагревают до тех пор, пока на трубке не отложится толстый слой сажи, после чего трубке позволяют остывать. Серию трубок можно также отжигать помещением их в печь при температуре приблизительно 550°С и медленном снижении до 300°С.

Приготовленные трубки маркируются карандашом (п. 5.4). С помощью воронки испытуемую порцию (п. 6.1) помещают в трубке.

К испытуемой порции массой 1 г добавляют точно 7,20 см³ раствора соляной кислоты (п. 4.1) и 2 см³ воды, а к порции массой 2 г — 14,40 см³ раствора соляной кислоты и 4 см³ воды. Две или три приготовленные в одинаковых условиях трубки запаивают. Для этого при помощи оборудования для выдувания стекла (п. 5.3) один конец стеклянной трубки присоединяют к отверстию в трубке при одновременном нагреве двух стеклянных частей до их размягчения, чтобы образовать соединение. После этого трубки оставляют до получения жесткого соединения.

Трубку нагревают в полном пламени у верхнего конца примерно в 10 мм от соединения (при непрерывном поворачивании трубки), пока ее стенки равномерно не размягчаются. Две части разделяют в пламени с минимальным усилием натяжения. После разделения нагревают конец трубки, чтобы избежать толстого выступающего соединения. Нельзя допускать перегрева или небольшого выпучивания, которое может быть вызвано ростом внутреннего давления газообразной атмосферы.

Отжигают второй запаянный конец в уменьшенном пламени, пока он не покроется сажей.

6.2.2. Растворение испытуемого материала

Запаянную трубку встряхивают до тех пор, пока испытываемая порция не смешивается полностью с кислотой. Запаянные трубки помещаются в защитные трубки (п. 5.8) и на них навинчиваются крышки. Все устройство с использованием держателя трубок (п. 5.5 или п. 5.5.1) помещают в электрическую печь, в которой поддерживают температуру (250±5)°С и оставляют в ней на 16 ч.

После этого печи позволяют охлаждаться примерно до 50°С, трубки осторожно извлекают и оставляют для охлаждения до комнатной температуры.

Примечание. Время реакции меняется в соответствии с типом глинозема и степенью его кальцинации.

Для глиноземов, кальцинированных при высоких температурах, температура реакции может быть поднята до (275±5)°С, но должны приниматься меры предосторожности, так как рост давления в результате увеличения температуры реакции может вызвать взрыв трубок.

6.2.3. Вскрытие трубки

Как только защитные трубки охладятся до комнатной температуры, их открывают и из них извлекают запаянные трубки. С концов трубок тщательно стирают сажу, их очищают очищающим раствором, промывают водой и сушат.

При помощи резца для стекла вокруг верхней части трубки прочерчивают линию, располагающуюся выше уровня жидкости. Для того, чтобы разломить трубку, эту линию смачивают водой и к ней прикасаются стеклянным стержнем (п. 5.2), нагретым до красного цвета.

6.2.4. Переливание раствора

Раствор из трубки переливают в химический стакан соответствующей вместимости (например 400 см³) с теплой водой и использованием «полисмена» для отделения всех солей, которые могут образовываться. Раствор нагревают для растворения солей и переливают в мерную колбу с одной меткой вместимостью, определяемой методом определения примеси.

6.3. Приготовление контрольного раствора

Контрольный раствор готовят по той же методике, которая определена в п. 6.2, используя те же количества всех реактивов, которые использовались для растворения испытуемой порции.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом ТК 99 «Алюминий»

   РАЗРАБОТЧИКИ:

   Б. И. Лаврентьев, Н. А. Пономарева, А. П. Нечитайлов, Н. К. Созина, Т. И. Жилина, Н. А. Попугаева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 07.10.92 № 1330

   Разд. 3 настоящего стандарта разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 804—76 «Глинозем, преимущественно используемый для производства алюминия. Приготовление раствора для анализа. Метод щелочного спекания», приложение к настоящему стандарту подготовлено методом прямого применения международного стандарта ИСО 2073—76 «Глинозем, преимущественно используемый для производства алюминия. Приготовление раствора для анализа. Метод обработки соляной кислотой под давлением»

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВВОДИТСЯ ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	3.2
ГОСТ 3118—77	4.1
ГОСТ 4199—76	3.2
ГОСТ 4204—77	3.2, 4.1
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ Р 50151	Приложение
ГОСТ Р 50153—92	2; приложение
ГОСТ Р 50158—92	2
ГОСТ Р 50332.0—92	2

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 25.11.92. Подп. к печ. 06.01.93. Усл. п. л. 0,625. Усл. кр.-отт. 0,625. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 403 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1692

gost.e-ecolog.ru