МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15 : 546.621-31.06 : 006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения оксида алюминия

Zinc concentrates. Method for the determination of aluminium oxide

ГОСТ 14048.14—80*

Взамен ГОСТ 14048.14—71

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена 01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения оксида алюминия от 0,2 до 5%.

Метод основан на образовании внутрикомплексного соединения алюминия со стильбазо или хромазуролом С в слабоуксуснокислой среде и измерении оптической плотности раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по методикам настоящего стандарта и ГОСТ 14048.11—80, или аттестованной методике, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, гидроксид и пероксид натрия. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;
- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88, контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 900 °С.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый.
Тигли железные штампованные или точеные, не содержащие хрома.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 0,5 моль/дм^3.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 4.
Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР № 20, статья 6, раствор 5 г/дм^3.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.
Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.
Натрия пероксид.
Ализариновый красный *с* (S), 0,1 %-ный раствор.
Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77 и раствор 200 г/дм^3.
Хромазурол С, 0,1%-ный раствор.
Стильбазо, 0,06%-ный раствор.
Ацетатный буферный раствор с pH 5,5; готовят следующим образом: 2,3 см^3 уксусной кислоты и 29,5 г уксуснокислого натрия растворяют в 2 дм^3 воды (проверяют с помощью pH-метра).
Алюминий по ГОСТ 11069—74 марки не ниже А 95.
Стандартные растворы алюминия:
раствор А; готовят следующим образом: навеску металлического алюминия (поверхность алюминия должна быть блестящей, неокисленной) массой 0,529 г растворяют при нагревании в 20—30 см^3 соляной кислоты, добавляя время от времени соляную кислоту, по несколько капель азотной кислоты до полного растворения навески. Затем раствор выпаривают досуха, приливают 30—40 см^3 воды, 15 см^3 соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 1 мг оксида алюминия;
раствор Б; готовят следующим образом: 5 см^3 раствора А помещают в железный тигель, приливают 1 см^3 раствора гидроксида натрия и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 2 г пероксида натрия, 1 г гидроксида натрия, тщательно перемешивают, сплавляют в муфельной печи при 700—750 °С до получения однородного плава (не переплавлять!) и далее поступают, как указано в п. 3.1. 1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг оксида алюминия.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для разложения пробы навеску цинкового концентрата массой 0,2000 г (при массовой доле оксида алюминия от 0,2 до 1,5 %) или 0,1000 г (при массовой доле от 1,2 до 5 %) помещают в железный тигель, прибавляют 2 г пероксида натрия и 1 г гидроксида натра, тщательно перемешивают, сплавляют в муфельной печи при 700—750 °С до получения однородного плава (не переплавлять!). Тигель сначала ставят на край муфеля для удаления влаги из реактивов, затем продвигают в горячую зону. После полного расплавления содержимого тигля его осторожно охлаждают, погружая на 3/4 высоты в холодную воду. Тигель с застывшим плавом помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 60—80 см^3 воды, закрывают стакан часовым стеклом и плав выщелачивают. По окончании выщелачивания тигель вынимают щипцами или стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают водой. Содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, куда предварительно налито 200—300 см^3 воды, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Фильтрат должен быть бесцветным, в противном случае сплавление пробы повторяют.

3.2. При определении содержания оксида алюминия со стильбазо аликвотную часть фильтрата, содержащую 5—30 мкг оксида алюминия, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают раствор 0,5 моль/дм^3 серной кислоты до pH 5,5.

Необходимое количество серной кислоты устанавливают следующим образом: в отдельную колбу помещают аликвотную часть раствора 5 см^3, прибавляют одну каплю раствора ализаринового красного и титруют 0,5 моль/дм^3 серной кислоты до перехода окраски из фиолетовой в красную. Количество серной кислоты, установленное титрованием, приливают к аликвотной части исследуемого раствора. Затем прибавляют 0,2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты для восстановления следов железа и меди, перешедших в раствор, разбавляют буферным раствором примерно до 25 см^3, приливают 5 см^3 раствора стильбазо, доливают ацетатным буферным раствором до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм в кювете 20 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности является раствор контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

3.1—3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ отфильтрованного стандартного раствора Б, что соответствует 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 и 0,060 мг оксида алюминия. Приливают во все колбы 0,5 моль/дм³ серной кислоты до pH 5,5, количество которой устанавливают титрованием отдельной аликвотной части. Далее поступают, как указано в п. 3.2.

3.4. При определении содержания оксида алюминия с хромазуролом С аликвотную часть фильтрата, содержащую 5—25 мкг оксида алюминия, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой примерно до 30 см³ и нейтрализуют раствором соляной кислоты до pH 2,0—2,5 (по универсальной индикаторной бумаге), приливают 0,2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 2 см³ раствора хромазурола С, 30 см³ буферного раствора и хорошо перемешивают. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности является раствор контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

3.5. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают пипеткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ отфильтрованного стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 и 0,025 мг оксида алюминия. Разбавляют водой примерно до 30 см³ и нейтрализуют раствором соляной кислоты до pH 2,0—2,5. Далее поступают, как указано в п. 3.4.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля оксида алюминия, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,20 до 0,60 включ.	0,07	0,09
Св. 0,60 » 2,0 »	0,2	0,3
» 2,0 » 5,0 »	0,4	0,6

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40.
Тираж 121 экз. С2659. Зак. 1016.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru