УДК 622.349.21 : 546.621—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Метод определения оксида алюминия

Bauxite. Method for the determination of aluminium oxide

ГОСТ 14657.3—78

(СТ СЭВ 1243—88)

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.07.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает объемный метод определения содержания алюминия в пересчете на оксид алюминия при массовой доле от 30 до 60%.

Метод основан на определении алюминия комплексонометрическим методом. Титан и железо отделяют от алюминия в виде гидроксида.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидрооксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20%.

Раствор готовят и хранят в полиэтиленовом сосуде.

Гексаметилентетраамин (уротропин) технический по ГОСТ 1381—73, растворы с массовой долей 0,5 и 25%.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Ацетатный буферный раствор (pH 5,5); готовят следующим образом: 250 г уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, приливают 20 см³ уксусной кислоты и доливают водой до метки.

Ксиленоловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%, свежеприготовленный.

Цинк гранулированный по ГОСТ 3640—79.

Стандартный раствор азотнокислого цинка, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 3,2690 г гранулированного цинка растворяют при нагревании в смеси 100 см³ воды и 15 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают до 5—10 см³, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки.

Поправочный коэффициент раствора азотнокислого цинка (K_1) определяют следующим образом: 25 см³ стандартного раствора алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и доливают водой до объема 200 см³. Приливают 50 см³ раствора трилона Б и в присутствии 5—6 капель ксиленолового оранжевого горячий раствор нейтрализуют аммиаком, приливая его по каплям до перехода окраски раствора в синий цвет. Затем подкисляют раствором соляной кислоты до перехода окраски раствора в желтый цвет, добавляют 20 см³ буферного раствора и после кипячения в течение 3 мин и охлаждения титруют избыток трилона Б раствором азотнокислого цинка до перехода окраски раствора из желтой в розовую. Далее вытеснение трилона Б фтористым натрием и второе титрование проводят, как указано в п. 3.1а.

Поправочный коэффициент (K_1) раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V_1}{V},$$

где V_1 — объем стандартного раствора алюминия, см³;

V — объем раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на второе титрование, см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,61 г трилона Б растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Для определения поправочного коэффициента раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ по стандартному раствору азотнокислого цинка отбирают из бюретки 20 см³ раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до

200 см³. Прибавляют 5—6 капель ксиленолового оранжевого и по каплям аммиак до синей окраски, которую устраняют добавлением по каплям соляной кислоты. Затем в колбу приливают 20 см³ ацетатного буферного раствора и титруют раствором азотнокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в розовую.

Поправочный коэффициент раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ (K) вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, см³;

V — объем раствора трилона Б, см³.

Допускается готовить раствор трилона Б из фиксанала.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—77, насыщенный раствор.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069—74 в виде стружки.

Стандартный раствор алюминия 0,05 М готовят следующим образом: навеску алюминия с предварительно очищенной поверхностью массой 1,3491 г растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 400 см³ при умеренном нагревании, доливая раствор кислоты порциями по 5 см³. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От раствора после определения двуокиси кремния гравиметрическим или фотоколориметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78 отбирают аликвотную часть 100 см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, приливают 5—6 капель азотной кислоты и нагревают до кипения. Затем к аликвотной части раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим методом, приливают 50 см³ раствора трилона Б, а к аликвотной части раствора, полученного при определении диоксида кремния фотоколориметрическим методом, приливают 25 см³ раствора трилона Б. Затем приливают 50 см³ гидроксида натрия, нагревают раствор, не доводя до кипения, до коагуляции осадка гидроксидов железа и титана.

Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухой стакан или колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Отби-

рают 100—200 см³ щелочного раствора в коническую колбу вместимостью 500 см³, нагревают, добавляют 3—4 капли раствора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют раствор соляной кислотой, разбавленной 1:1, прибавляя ее по каплям, до перехода окраски раствора в желтый цвет. После нейтрализации к раствору прибавляют 20 см³ ацетатного буферного раствора, кипятят 2—3 мин, охлаждают, прибавляют еще 3—4 капли раствора ксиленолового оранжевого и избыток трилона Б оттитровывают раствором азотнокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в розовую.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1а. Окончание определения можно проводить также следующим образом: к оттитрованному по п. 3.1 раствору приливают 30 см³ раствора фтористого натрия, снова кипятят 3 мин и охлаждают. Оттитровывают освобожденный фтористым натрием трилон Б раствором азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ в присутствии нескольких капель ксиленолового оранжевого до перехода окраски раствора из желтой в розовую (второе титрование).

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.2. От раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим или фотоколориметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78, отбирают аликвотную часть 100 см³ в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 5—6 капель азотной кислоты и нагревают до кипения. Затем раствор нейтрализуют аммиаком до начала выпадения осадка гидроксидов. Осадок растворяют соляной кислотой, разбавленной 1:1, прибавляемой по каплям. К раствору прибавляют 0,5 г хлористого аммония, 25 см³ раствора уротропина с массовой долей 25%, нагревают в течение 20 мин для коагуляции осадка и фильтруют через фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 500 см³. Осадок промывают 6—8 раз теплым раствором уротропина с массовой долей 0,5%, смывая этим раствором стенки стакана. Фильтрат, полученный после отделения полуторных оксидов, можно использовать для определения оксида кальция и оксида магния, поступая, как указано в ГОСТ 14657.7—82.

Осадок смывают с фильтра в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:3, и 3—4 раза горячей водой, собирая фильтрат в тот же стакан. Содержимое стакана нагревают до растворения осадка, после чего переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, содержащую 50 см³ раствора едкого натра, нагретого до 80°С. Стакан ополаскивают 3—4 раза горячей водой. Колбу с осадком помещают на баню и выдерживают 10 мин для коагуля-

ции осадка. Раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

Затем раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухой стакан или колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают 100—200 см³ фильтрата в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 30—50 см³ раствора трилона Б (в зависимости от отбираемой аликвотной части раствора), нагревают до кипения, добавляют 3—4 капли раствора ксиленолового оранжевого и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1 или п. 3.1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах, определяемую по п. 3.1, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V \cdot K \cdot K_2 - V_1) \cdot 0{,}00255 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 100}{V_4 \cdot V_5 \cdot m},$$

где V — объем добавляемого раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, см³;

K_2 — коэффициент, учитывающий количество трилона Б, содержащееся в титруемой аликвотной части раствора;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б;

V_1 — объем раствора азотнокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

0,00255 — титр раствора азотнокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/дм³, выраженный в граммах оксида алюминия;

V_2 — общий объем раствора, см³;

V_3 — объем мерной колбы, в которой производят отделение железа и титана, см³;

V_4 — объем аликвотной части раствора, отбираемый для отделения железа и титана, см³;

V_5 — объем аликвотной части раствора, отбираемый для определения алюминия, см³;

m — масса навески боксита, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1а. Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах, определяемую по п. 3.1а, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K_1 \cdot 0{,}00255 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 100}{V_4 \cdot V_5 \cdot m},$$

где V — объем раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3, израсходованный на второе титрование по п. 3.1а, см^3;

K_1 — поправочный коэффициент раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3;

0,00255 — титр раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3, выраженный в граммах оксида алюминия.

4.2. Массовую долю оксида алюминия (X_1) в процентах, определяемую по п. 3.2, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V \cdot K - V_1) \cdot 0{,}00255 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 100}{V_4 \cdot V_5 \cdot m},$$

где обозначения по п. 4.1.

4.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать сходимости 0,5% абс., воспроизводимости 0,8% абс.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, 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. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1243—78**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14657.3—69**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 1381—73	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3640—79	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3773—72	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4463—77	2
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 11069—74	2
ГОСТ 14657.0—78	1
ГОСТ 14657.2—78	3.1
ГОСТ 24104—80	2

6. **Срок действия продлен до 01.01.94** Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2907

7. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1981 г., июле 1988 г., сентябре 1989 г. (ИУС 11—81, 12—88, 1—90)**

gost.e-ecolog.ru