МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 23201.3— 2023

ГЛИНОЗЕМ

Методы разложения пробы и приготовления растворов

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Русский Алюминий Менеджмент», Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 099 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2023 г. № 164–П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 октября 2023 г. № 1252-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 23201.3—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2024 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23201.3—94

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Поправка к ГОСТ 23201.3—2023 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ГЛИНОЗЕМ

Методы разложения пробы и приготовления растворов

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

Дата введения — 2024—02—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает методы приготовления раствора пробы: методами разложения сплавлением, методом разложения кислотами под давлением.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 24104[2)] Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

[2)] Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 27798, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **навеска:** Взвешенный образец материала, взятый для анализа.

3.2 **плав:** Однородный твердый материал, полученный путем сплавления смеси веществ.

4 Общие требования к методам анализа

Отбор и подготовку проб для анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ 27798.

5 Методы разложения пробы сплавлением

5.1 Метод разложения проб глинозема для определения содержания примесей фотометрическим и атомно-абсорбционным методом

5.1.1 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 кислот. pH раствора должен быть равен 1 при разбавлении до объема 500 $см^3$ или 0,4 — до объема 250 $см^3$.

5.1.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ 24104, с дискретностью 0,0001 г, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Электрическая печь с регулятором температуры, обеспечивающая температуру нагрева (1100 ± 10) °С.

Щипцы из нержавеющей стали с платиновыми наконечниками.

Посуда мерная по ГОСТ 1770.

Чашка или тигель из платины по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 $моль/дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 4 $моль/дм^3$.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

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

Примечания

1 Допускается использование средств измерения, оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2 Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже «химически чистый» (х. ч.) или «чистый для анализа» (ч. д. а.) согласно ГОСТ 13867.

5.1.3 Проведение анализа

5.1.3.1 В платиновую чашку или тигель помещают 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборнокислого натрия и перемешивают. Добавляют 5 г пробы и вновь тщательно перемешивают.

Чашку (тигель) помещают в печь с температурой (500 ± 50) °С и выдерживают до прекращения бурной реакции. Затем температуру печи повышают до (1100 ± 10) °С, после чего выдерживают чашку (тигель) с пробой при этой температуре от 20 до 30 мин до получения гомогенного подвижного плава. Затем чашку (тигель) вынимают из печи и охлаждают.

5.1.3.2 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 $см^3$, содержащий 50 $см^3$ раствора азотной кислоты.

В чашку (тигель) помещают 35 см^3 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 до полного растворения гидроксида алюминия и получения прозрачного раствора. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки дистиллированной 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, повторяют процедуры, описанные в 5.1.3.1, 5.1.3.2, на новой навеске глинозема, которую измельчают до частиц размером 0,05 мм.

5.1.3.3 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-фенилгидроксиламином или полярографического определения оксида цинка, то плав выщелачивают горячей водой и переносят раствор в стакан вместимостью 400 см^3, содержащий 50 см^3 раствора серной кислоты.

В чашку (тигель) помещают 35 см^3 раствора серной кислоты, нагревают до растворения остатка, переносят раствор в тот же стакан и далее поступают согласно 5.1.3.2.

5.1.3.4 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 5.1.3.1;
- расплавляют смесь при температуре 900 °С только до получения плава;
- после охлаждения плав выщелачивают горячей водой при нагревании.

Если раствор пробы готовят согласно 5.1.3.2, то раствор плава переносят в стакан вместимостью 400 см^3, содержащий 48 см^3 раствора азотной кислоты.

В другую чашку или тигель помещают 37 см^3 раствора азотной кислоты, осторожно выпаривают до объема от 1 до 2 см^3 и, обмывая чашку (тигель) горячей водой, переносят содержимое чашки (тигля) в тот же стакан. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если раствор готовят согласно 5.1.3.3, то раствор плава переносят в стакан вместимостью 400 см^3, содержащий 48 см^3 раствора серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Примечание — Допускается приготовление растворов проб другого объема при соблюдении пропорционального изменения количества используемых реактивов к навеске.

5.2 Метод разложения проб глинозема для определения содержания примесей атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой

5.2.1 Метод основан на разложении пробы посредством сплавления со смесью карбоната лития и борной кислоты и последующем выщелачивании плава раствором азотной кислоты.

5.2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ 24104, позволяющие проводить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Посуда мерная по ГОСТ 1770.

Система получения дистиллированной воды.

Электропечь лабораторная любого типа, обеспечивающая температуру нагрева (1100 ± 10) °С.

Чашки из платины по ГОСТ 6563.

Щипцы из нержавеющей стали с платиновыми наконечниками.

Плитка электрическая лабораторная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная в соотношении 1:1.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Литий карбонат по нормативно-технической документации изготовителя.

Примечания

1 Допускается использование средств измерения, оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2 Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже «химически чистый» (х. ч.) или «чистый для анализа» (ч. д. а.) согласно ГОСТ 13867.

5.2.3 Навеску анализируемой пробы глинозема массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 1,4 г лития карбоната, 3,1 г борной кислоты, тщательно перемешивают и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 25 мин до получения гомогенного плава. После сплавления чашку охлаждают, приливают к плаву 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и от 20 до 30 см^3 дистиллированной воды. Плав выщелачивают при нагревании до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.2.4 Приготовление раствора контрольного опыта

Одновременно с раствором пробы готовят раствор контрольного опыта.

В платиновую чашку помещают 1,4 г лития карбоната и 3,1 г борной кислоты, перемешивают, сплавляют в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 5 мин. После сплавления чашку охлаждают, приливают к плаву 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и от 20 до 30 см^3 дистиллированной воды. Плав выщелачивают при нагревании до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки дистиллированной водой, перемешивают.

6 Метод разложения пробы кислотами под давлением

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

6.1 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.

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ 24104, позволяющие проводить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Посуда мерная по ГОСТ 1770.

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.

6.2 Проведение анализа

6.2.1 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 и переносят в эту же колбу, затем доливают до метки дважды дистиллированной водой и перемешивают.

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

6.2.3 Допускается применение микроволнового кислотного разложения проб для атомно-эмиссионного анализа.

УДК 669.712.001.4:006.354 МКС 71.100.10

Ключевые слова: глинозем, разложение пробы, подготовка проб

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 17.11.2023. Подписано в печать 27.11.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 23201.3—2023 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru