ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72629— 2026

ШЛАКИ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Титриметрический комплексонометрический метод определения массовой доли общего алюминия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2026 г. № 407-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие требования 2
5 Сущность метода 2
6 Требования к условиям проведения анализа 3
7 Требования к квалификации персонала 3
8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование 3
9 Подготовка к проведению анализа 4
10 Проведение анализа 5
11 Обработка результатов анализа 5
12 Оформление результатов анализа 6
13 Контроль точности результатов анализа 6
14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности 7
Приложение А (обязательное) Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ШЛАКИ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Титриметрический комплексонометрический метод определения массовой доли общего алюминия

Aluminum slags. Titrimetric complexometric method for determining the mass fraction of total aluminum

Дата введения —2027—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения массовой доли общего алюминия от 20,0 % до 65,0 % в алюминиевых шлаках.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 4518 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 7172 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11069 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 25086 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28192 Отходы цветных металлов и сплавов. Методы отбора, подготовки проб и методы испытаний

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59123 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Общие требования и классификация

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.315, ГОСТ 25086, [1]—[3].

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — в соответствии с ГОСТ 25086.

4.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят по ГОСТ 28192.

5 Сущность метода

Метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс со всеми компонентами шлака, титровании избытка раствора трилона Б раствором сернокислого цинка в присутствии ксиленолового оранжевого, разрушении комплекса алюминий-трилон Б фторидом аммония или натрия и титровании освобожденного трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном массовой доле алюминия.

6 Требования к условиям проведения анализа

6.1 Температура окружающего воздуха — от 18 °С до 25 °С.

6.2 Относительная влажность — от 30 % до 80 %.

6.3 Атмосферное давление — от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.)

7 Требования к квалификации персонала

К выполнению анализа и/или обработке результатов допускаются лица, прошедшие профессиональную подготовку на уровне не ниже среднего специального образования или прошедшие профессиональную переподготовку по направлениям, соответствующим проведению химического анализа.

8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, аппаратуру, материалы, реактивы, растворы и вспомогательное оборудование:

- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II;
- термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498;
- барометр-анероид по нормативным документам и/или технической документации;
- гигрометр по нормативным документам и/или технической документации;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую поддержание температуры (800 ± 50) °С;
- плиту электрическую с закрытой спиралью по нормативным документам и/или технической документации;
- тигли платиновые № 100-7 по ГОСТ 6563;
- щипцы тигельные с наконечниками из платины по ГОСТ 6563;
- посуду лабораторную стеклянную по ГОСТ 25336;
- посуду мерную лабораторную стеклянную по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- фильтры беззольные «синяя лента» по нормативным документам и/или технической документации;
- воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружку или государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора ионов алюминия с относительной погрешностью аттестованного значения не более ±1,0 % при доверительной вероятности P = 0,95;
- пероксид водорода по ГОСТ 10929;
- соль динатриевую этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, приготовленный в соответствии с 9.1, или стандарт-титр (фиксанал) трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- индикатор метиловый красный по нормативным документам и/или технической документации, спиртовой 0,1 %-ный раствор;
- спирт этиловый высшего сорта по ГОСТ Р 55878;
- натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- буферный раствор с уровнем pH среды 5,8—6,0, приготовленный в соответствии с 9.2;
- цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, приготовленный в соответствии с 9.3;
- ксиленоловый оранжевый по нормативным документам и/или технической документации: в виде хорошо растертой смеси с хлористым натрием в соотношении 1:100 (условия хранения — емкость из темного стекла);
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
- натрий фтористый по ГОСТ 4463;

- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную в соотношении 1:1, 1:5;
- смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Примечания

1 Применяемые реактивы должны соответствовать квалификации не ниже «чистый для анализа» (ч. д. а).

2 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

9 Подготовка к проведению анализа

9.1 Приготовление раствора соли динатриевой этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водной (трилон Б) молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

18,61 г трилона Б растворяют в 200 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается приготовление раствора из стандарт-титра (фиксанала) трилона Б в соответствии с инструкцией по применению.

9.2 Приготовление буферного раствора с уровнем pH среды 5,8—6,0

300 г натрия уксуснокислого растворяют в воде, прибавляют 9,6 см^3 уксусной кислоты, доводят до объема 1000 см^3 водой, перемешивают.

9.3 Приготовление раствора цинка сернокислого 7-водного молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

14,38 г цинка сернокислого растворяют в 200 см^3 воды, переносят в мерную колбу емкостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

9.4 Приготовление стандартного раствора алюминия

Навеску алюминия массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3 и растворяют при нагревании в 100 см^3 соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1). Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г алюминия.

Допускается использовать растворы ГСО ионов алюминия.

9.5 Установление массовой концентрации раствора трилона Б по алюминию

9.5.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают 25 см^3 стандартного раствора алюминия, приливают 40 см^3 раствора трилона Б, доводят водой до объема 100 см^3, нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры.

Охлажденный раствор нейтрализуют раствором аммиака в присутствии двух-трех капель индикатора метилового красного до желтой окраски раствора, затем по каплям приливают раствор соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) до перехода окраски в красный цвет. Затем приливают 10 см^3 буферного раствора и оттитровывают избыток трилона Б раствором сернокислого цинка в присутствии 0,1 г индикатора ксиленолового оранжевого до перехода желтой окраски раствора в красно-оранжевую.

В оттитрованный раствор добавляют 1 г фтористого аммония (или фтористого натрия), нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Окраска раствора вновь становится желтой. После кипячения раствор охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором сернокислого цинка до перехода окраски в красно-оранжевую.

9.5.2 Массовую концентрацию раствора трилона Б по алюминию T, г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса навески алюминия, содержащаяся в аликвотной части стандартного раствора, г;

$\overline{V}$ — среднеарифметический (из трех параллельных определений) объем раствора сернокислого цинка, затраченный на второе титрование, см^3.

10 Проведение анализа

10.1 Подготовка пробы

10.1.1 Навеску шлака массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 40 см^3 смеси кислот при нагревании и упаривают трижды досуха с 5 см^3 соляной кислоты. Соли растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), добавляют 50 см^3 горячей воды. Нерастворившийся остаток отфильтровывают через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Стакан и фильтр промывают 4—5 раз горячим раствором соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:5), затем 3—4 раза горячей водой. Получают раствор 1.

10.1.2 Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, медленно озоляют в муфельной печи, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре от 700 °С до 750 °С в течение 15—20 мин.

После охлаждения к остатку в тигле добавляют две капли серной кислоты, 5 см^3 фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (объемом примерно 1 см^3) до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают до прекращения выделения белых паров серного ангидрида и сплавляют сухой остаток в муфельной печи с 5—7 г пиросернокислого калия при температуре от 700 °С до 800 °С до получения прозрачного плава.

Тигель с плавом охлаждают до комнатной температуры и помещают в стакан, в котором проводилось растворение навески шлака в соответствии с 10.1.1, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и нагревают до полного растворения плава. Этот раствор после охлаждения до комнатной температуры соединяют с раствором 1, доливают водой до метки и перемешивают.

10.2 Выполнение измерений

10.2.1 Отбирают аликвотную часть раствора пробы, в зависимости от массовой доли алюминия, в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Массовая доля общего алюминия, %	Аликвотная часть раствора пробы, см^3
От 20,0 до 30,0 включ.	50
Св. 30,0 до 65,0 включ.	20

10.2.2 Аликвотную часть полученного раствора пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают воду до объема 100 см^3, добавляют две-три капли пероксида водорода.

Раствор нагревают и кипятят 5 мин до разложения избытка пероксида водорода. Затем прибавляют 25—40 см^3 раствора трилона Б, кипятят еще 2—3 мин. Далее анализ проводят, как указано в 9.5.

Примечание — Окрашивание раствора в красный цвет перед первым титрованием свидетельствует о недостаточном количестве трилона Б.

11 Обработка результатов анализа

11.1 Массовую долю общего алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V \cdot V_к}{V_а \cdot m} \cdot 100, \quad (2)$$

где T — массовая концентрация раствора трилона Б по алюминию, г/см^3;

V — объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на второе титрование, см^3;

$V_к$ — объем анализируемого раствора пробы, см^3;

$V_а$ — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

11.2 За результат анализа $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли общего алюминия в пробе X_1 и X_2 (полученных в условиях повторяемости, каждое из которых выполнено из отдельной навески) вычисляемое по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

11.3 Результат анализа считается приемлемым при условии, что абсолютное расхождение между результатами параллельных определений не превышает значений предела повторяемости r, указанных в таблице А.1.

Если абсолютное расхождение между результатами параллельных определений превышает предел повторяемости, то необходимо получить еще два результата определений.

Если при этом расхождение максимального и минимального результатов четырех определений равно или менее допустимого значения r, то окончательный результат выдают в виде среднего арифметического значения, рассчитанного из четырех определений.

Если расхождение максимального и минимального результатов четырех определений превышает допустимое значение r, то в качестве окончательного результата принимают медиану четырех результатов параллельных определений.

Для этого результаты четырех определений упорядочивают в ряд по возрастанию и рассчитывают медиану по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_2 + X_3}{2}, \quad (4)$$

где X_2 и X_3 — второй и третий по величине результат определений.

В этом случае выясняют и устраняют причины повышенного разброса результатов.

12 Оформление результатов анализа

12.1 Результат анализа при доверительной вероятности P = 0,95 в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде

$$\overline{X} \pm \Delta,$$

где $\overline{X}$ — результат анализа, %;

Δ — погрешность результатов анализа, приведенная в таблице А.1, %.

12.2 Результат анализа оформляют записью в журнале, протоколом или регистрируют на электронных носителях.

13 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят с применением метода добавок. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения измерений, предусмотренные методикой выполнения анализа. При контроле точности результатов анализа с применением метода добавок найденное значение добавки $C_{д_1}$ в процентах должно отличаться от ее введенного значения $C_{д_2}$ в процентах не более чем на величину $\Delta_д$, %, рассчитанную по формуле

$$\Delta_д = 0{,}71\sqrt{R^2 + R_д^2}, \quad (5)$$

где R и $R_д$ — пределы воспроизводимости двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

При превышении величины $\Delta_д$, найденной по формуле (5), измерения повторяют в соответствии с разделом 10. При повторном превышении величины $\Delta_д$ измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности

14.1 Помещение, в котором проводят анализ, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021.

14.2 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

14.3 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, приведенные в технической документации на оборудование.

14.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

14.5 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ Р 59123.

14.6 Утилизация отработанных проб, реактивов должна осуществляться в соответствии с действующими в лаборатории (на предприятии) нормативными документами.

Приложение А
(обязательное)

Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости

Таблица А.1

Массовая доля общего алюминия, %	Границы абсолютной погрешности измерений ±Δ, % (P = 0,95)	Нормативы точности, %	
		Предел повторяемости r (P = 0,95)	Предел воспроизводимости R (P = 0,95)
От 20,0 до 35,0 включ.	0,6	0,6	0,8
Св. 35,0 до 50,0 включ.	1,3	1,3	1,8
Св. 50,0 до 65,0 включ.	1,5	1,5	2,1

Библиография

[1] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[3] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 669.71:546.62:006.354

ОКС 77.120.10
77.040.30

Ключевые слова: алюминиевый шлак, алюминий общий, массовая доля, трилон Б, титриметрический метод

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 28.04.2026. Подписано в печать 05.05.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

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

gost.e-ecolog.ru