ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 50332.1— 2019

ГЛИНОЗЕМ

Методы разложения пробы и приготовления растворов

(ISO 804:1976, NEQ)
(ISO 2073:1976, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Закрытым акционерным обществом «РУСАЛ Глобал Менеджмент Б.В.» (ЗАО «РУСАЛ Глобал Менеджмент Б.В.»), Объединением производителей, поставщиков и потребителей алюминия (Алюминиевая ассоциация)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 сентября 2019 г. № 662-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения следующих международных стандартов:

- ИСО 804:1976 «Глинозем, преимущественно используемый для производства алюминия. Приготовление раствора для анализа. Метод щелочного сплавления» (ISO 804:1976 «Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Preparation of solution for analysis — Method by alkaline fusion», NEQ);
- ИСО 2073:1976 «Глинозем, преимущественно используемый для производства алюминия. Приготовление раствора для анализа. Метод обработки соляной кислотой под давлением» (ISO 2073:1976 «Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Preparation of solution for analysis — Method by hydrochloric acid attack under pressure», NEQ)

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

*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

© Стандартинформ, оформление, 2019

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 Методы разложения пробы сплавлением 2
4.1 Метод разложения проб глинозема для определения содержания примесей фотометрическим и атомно-абсорбционным методом 2
4.2 Метод разложения проб глинозема для определения содержания примесей атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой 3
5 Метод разложения пробы смесью кислот под давлением 4
6 Приготовление раствора для анализа методом обработки соляной кислотой под давлением 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГЛИНОЗЕМ

Методы разложения пробы и приготовления растворов

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

Дата введения — 2019—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает методы приготовления раствора пробы разложением пробы сплавлением, обработкой пробы смесью кислот под давлением, а также обработкой пробы соляной кислотой под давлением.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. 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 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 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 25389 Глинозем. Методы подготовки проб

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 документа 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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **проба:** Часть средней пробы, предназначенная для подготовки материала перед выделением навесок для определения его показателей качества.

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

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

4 Методы разложения пробы сплавлением

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

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

4.1.2 Реактивы и аппаратура

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 ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$).

Чашка или тигель из платины по ГОСТ 6563.

Щипцы из нержавеющей стали с платиновыми наконечниками.

Посуда мерная по ГОСТ 1770.

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ Р 53228, с дискретностью 0,0001 г, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

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

4.1.3 Требования к реактивам и аппаратуре

Допускается использование других средств измерений, оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

Все реактивы должны иметь квалификацию «хч» или «чда».

4.1.4 Проведение испытания

4.1.4.1 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, нагретую до температуры (500 ± 0) °С, и выдерживают при этой температуре до прекращения бурной реакции. Затем температуру печи постепенно повышают до 1100 °С, после чего выдерживают чашку (тигель) с пробой при этой температуре в течение 20—30 мин до получения гомогенного подвижного плава, после чего чашку (тигель) вынимают из печи и охлаждают.

4.1.4.2 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, близкой к точке кипения, до полного растворения гидроксида алюминия. 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 разложение с новой навеской глинозема, которую измельчают до размера частиц 0,05 мм.

4.1.4.3 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 4.1.4.2.

4.1.4.4 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 таком же, как в 4.1.4.1, расплавляют смесь при температуре 900 °С до получения плава. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой при нагревании.

Если раствор пробы готовят согласно 4.1.4.2, 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 1—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 пробы готовят согласно 4.1.4.3, 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.

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

4.2.1 Сущность метода

Метод разложения основан на сплавлении пробы со смесью карбоната лития и борной кислоты и последующем выщелачивании плава раствором азотной кислоты.

4.2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ Р 53228, 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[1)].

4.2.3 Подготовка проб для анализа производится в соответствии с ГОСТ 25389.

---

1) По ТУ 6009-3728 «Литий карбонат (литий углекислый)».

4.2.4 Проведение испытания

Навеску анализируемой пробы глинозема массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 1,4 г карбоната лития, 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, 20—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.

4.2.5 Приготовление раствора контрольного опыта

Одновременно с раствором пробы готовят раствор контрольного опыта.

В платиновую чашку помещают 1,4 г карбоната лития 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 20—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.

5 Метод разложения пробы смесью кислот под давлением

5.1 Сущность метода

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

5.2 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 Р 53228, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Посуда мерная по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 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.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 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, нагретый до температуры 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 дважды обмывают дистиллированной водой, сливая промывную воду в ту же колбу, затем доливают до метки дважды дистиллированной водой и перемешивают.

5.3.2 Раствор контрольного опыта готовят аналогичным способом, но без навески пробы.

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

6 Приготовление раствора для анализа методом обработки соляной кислотой под давлением

6.1 Назначение и сущность метода

Метод применяется для 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 с целью 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.

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

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ Р 53228, с наибольшим пределом взвешивания 220 г, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Дистиллированная вода или вода эквивалентного качества.

Соляная кислота по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор 38 % (по массе).

Трубки из боросиликатного стекла с толщиной стенки 2,4 мм (толстостенные), внешним диаметром 16 мм.

Стержень из боросиликатного стекла диаметром около 4 мм.

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

Источники обычного горючего газа и кислорода.

Резец для стекла.

Защитные очки темные.

Воздуходувка с резиновой трубкой, связанная с газовой горелкой.

Карандаш для маркировки стекла, выдерживающий высокие температуры.

Держатель трубок для удержания трубок в вертикальном положении или держатель трубок для удержания трубок в наклонном положении под углом 30°.

Воронка диаметром приблизительно 40 мм с коротким стеблем.

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

Защитные стальные трубки внутренним диаметром 25 мм и длиной 260 или 310 мм согласно длинам используемых стеклянных трубок, указанных в настоящем пункте, имеющие резьбу для плотного завинчивания крышек на обоих концах. По длине защитной трубки через случайные интервалы просверливают отверстия диаметром 6—8 мм. Стальные трубки необходимы для защиты рабочей камеры печи и соседних трубок в случае, если реакция приведет к взрыву. Отверстия в защитных стальных трубках служат для выхода газов в случае разрушения реакционных трубок и предотвращения роста давления внутри защитных трубок.

6.3 Проведение испытания

6.3.1 Испытуемый материал

От пробы глинозема, подготовленной по ГОСТ 25389 и высушенной при 300 °С, отбирают навески массой 0,001; 1 или 2 г.

6.3.2 Обработка испытуемого материала

6.3.2.1 Подготовка трубок

От длинной стеклянной трубки 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, промывают дистиллированной водой, а затем сушат при температуре приблизительно 125 °С и охлаждают.

Один конец каждой трубки в пламени горелки запаивают и придают ему полусферическую форму. Необходимо избегать увеличения или уменьшения толщины трубки на запаянном конце и отжигать трубки для снятия напряжений. Для отжига используют уменьшенное пламя (желтое пламя, получаемое уменьшением расхода кислорода без регулирования расхода газа), которым нагревают трубку до тех пор, пока на ней не отложится толстый слой сажи, после чего трубку оставляют остывать. Серию трубок можно также отжигать, помещая их в печь, предварительно нагретую до температуры приблизительно 550 °С, и медленно снижая температуру печи до 300 °С.

Приготовленные трубки маркируют карандашом.

С помощью воронки навеску глинозема, отобранную по 6.3.1, переносят в трубку.

К испытуемой навеске массой 1 г добавляют точно 7,20 $см^3$ раствора соляной кислоты и 2 $см^3$ воды, а к навеске массой 2 г — 14,40 $см^3$ раствора соляной кислоты и 4 $см^3$ воды. Две или три приготовленные в одинаковых условиях трубки запаивают. Для этого при помощи оборудования для выдувания стекла 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.

6.3.2.2 Растворение испытуемого материала

Запаянную трубку встряхивают до тех пор, пока испытуемая навеска пробы не смешается полностью с кислотой. Запаянные трубки помещают в защитные стальные трубки и на них навинчивают крышки. Все устройство с использованием держателя трубок помещают в электрическую печь, в которой поддерживают температуру (250 ± 5) °С, и оставляют в ней на 16 ч.

После этого печь охлаждают 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 стеклянных трубок.

6.3.2.3 Вскрытие трубки

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

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

6.3.2.4 Переливание раствора

Раствор из трубки переливают в химический стакан соответствующей вместимости (например, 400 $см^3$) 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 требуемой вместимости, соответствующей методу определения примеси.

6.4 Приготовление контрольного раствора

Контрольный раствор готовят по той же методике, которая определена в 5.2, используя то же количество всех реактивов, которые использовались для растворения испытуемой порции.

УДК 669.712:543.06:006.354 ОКС 91.100.30

Ключевые слова: глинозем, разложение пробы, подготовка проб

БЗ 10—2019/126

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.09.2019. Подписано в печать 10.10.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
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