УДК 622.341.2:543.05:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

Методы определения окиси алюминия

Manganese ores, concentrates and agglomerates. Methods for determination aluminium

ОКСТУ 0730

ГОСТ 22772.10—90

(ИСО 4295—88; ИСО 5889—83; СТ СЭВ 4522—84)

Срок действия с 01.07.91 до 01.07.2001

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает методы определения окиси алюминия:

фотометрический — при массовой доле от 0,1 до 3 %;

комплексонометрический — при массовой доле от 1 до 8 %;

атомно-абсорбционный — при массовой доле от 0,1 до 8 %, а также методы определения алюминия по международным стандартам ИСО 4295—88 и ИСО 5889—83 (см. приложение настоящего стандарта и приложение 2 ГОСТ 22772.9).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22772.0.

1.2. Отбор проб — по ГОСТ 16598.

1.3. Условия обеспечения точности результатов анализа — в соответствии с п. 1.3 ГОСТ 22772.8.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на образовании окрашенного соединения алюминия с хромазуролом С в ацетатном буферном растворе (pH от 5,8 до 6,7) в присутствии поливинилового спирта и последующем измерении оптической плотности при длине волны 610—620 нм.

Железо, хром, титан и другие элементы отделяют гидроокисью натрия в присутствии хлористого цинка и борной кислоты.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектрокалориметр.

pH-метр.

gost.e-ecolog.ru

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Железо карбонильное (99,99 %).

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрий углекислый, безводный по ГОСТ 83

Натрий уксуснокислый, трехводный по ГОСТ 199.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:4 и 1:19.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм^3, свежеприготовленный.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 460, 200 и 50 г/дм^3. Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота аскорбиновая, раствор 50 г/дм^3, свежеприготовленный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Спирт поливиниловый, раствор 40 г/дм^3; 4 г поливинилового спирта растворяют при нагревании в 100 см^3 воды. Раствор охлаждают и фильтруют.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Цинк хлористый по ГОСТ 4529, раствор: 104,6 т хлористого цинка растворяют в воде, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до объема 1 дм^3 и перемешивают.

Никель двухлористый, 6-водный по ГОСТ 4038, раствор 20 г/дм^3.

Хромазурол С, раствор 1 г/дм^3: 1 г хромазурола С растворяют в 6 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют 500 см^3 этилового спирта, 200 см^3 воды и перемешивают. Растворяют 0,75 г мочевины в 50 см^3 воды. Объединяют полученные растворы, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор пригоден к употреблению в течение двух недель.

Буферный раствор (pH—7,0): 274 г уксуснокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды, 109 г уксуснокислого натрия растворяют в 250 см^3 воды. Растворы объединяют, фильтруют, разбавляют водой до объема 950 см^3 и перемешивают. Доводят pH раствора до 7,0, прибавляя уксусную кислоту или раствор гидроокиси натрия (200 г/дм^3), разбавляют водой до объема 1 дм^3 и перемешивают.

Стандартный раствор алюминия: 0,5292 алюминия растворяют при нагревании в 50 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют несколько капель азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора и кипятят до удаления окислов азота. Для

ускорения растворения алюминия в соляной кислоте разложение ведут в присутствии платиновой спирали или 1 см³ раствора хлористого никеля, как катализаторов. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г окиси алюминия.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Масса навески в зависимости от содержания окиси алюминия указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,2 включ.	1,0
Св. 0,2 » 0,6 »	0,5
» 0,6 » 1,5 »	0,2
» 1,5 » 3,0 »	0,1

Навеску помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, смачивают водой, прибавляют 10—20 см³ соляной кислоты и растворяют при нагревании. Прибавляют 1 см³ азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают раствор досуха. Остаток растворяют в 10 см³ соляной кислоты при нагревании, прибавляют 40 см³ горячей воды, 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, нагревают до кипения и фильтруют раствор через фильтр средней плотности, содержащий фильтробумажную массу. Остаток на фильтре промывают 4—5 раз раствором соляной кислоты, разбавленной 1:19, и 3—4 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют в качестве основного раствора.

2.3.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 600—700 °С. Тигель охлаждают, смачивают остаток несколькими каплями воды, прибавляют 2—4 капли раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, и 5—7 см³ раствора фтористоводородной кислоты, выпаривают до полного удаления паров серного ангидрида и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 1—2 мин. Остаток в тигле сплавляют с 1 г углекислого натрия в муфельной печи при температуре 950—1000 °С. После охлаждения плав выщелачивают в 20 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:4, при нагревании и присоединяют к основному раствору.

2.3.3. Основной раствор выпаривают до объема 20—30 см³, прибавляют 5 см³ раствора хлористого цинка, 1 г борной кислоты и нагревают до кипения. Горячий раствор осторожно при перемешивании вливают в кварцевую колбу или полиэтиленовый стакан вместимостью 200—250 см³, содержащие 30 см³ раствора гидроокиси

натрия (460 г/дм³). Раствор тщательно перемешивают в течение 2—3 мин, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

После отстаивания осадка раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в кварцевый или полиэтиленовый стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.4. Аликвотную часть объемом 5 см³ помещают в стакан вместимостью 50 см³, содержащий 2 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 15 см³ воды (pH раствора не более 1). Прибавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты, через 5 мин устанавливают pH раствора 1,5, добавляя по каплям раствор гидроокиси натрия (50 г/дм³) или раствор соляной кислоты, разбавленной 1:4.

Значение pH контролируют по pH-метру.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют при перемешивании 10 см³ раствора хромазурола С, 5 см³ раствора поливинилового спирта и 20 см³ буферного раствора. Разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч на спектрофотометре или фотоэлектрокалориметре при длине волны 610—620 нм, используя в качестве раствора сравнения воду.

2.3.5. Для внесения поправки на содержание алюминия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу окиси алюминия по градуировочному графику.

2.3.6. Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью по 250—300 см³ помещают навески марганца и железа в количествах, соответствующих содержанию этих элементов в навеске пробы. В пять стаканов приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004 г окиси алюминия. Во все стаканы прибавляют по 10—20 см³ соляной кислоты и далее поступают, как указано в пп. 2.3.1—2.3.4.

Раствор шестого стакана, не содержащий стандартного раствора алюминия, служит раствором контрольного опыта для построения градуировочного графика.

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом значения оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям окиси алюминия строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю окиси алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{m_1 \cdot K}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса окиси алюминия в растворе, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г;

K — коэффициент пересчета содержания окиси алюминия на содержание ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 22772.1, %.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения окиси алюминия указаны в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси алюминия	Δ	$d_з$	$d_г$	d_k	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,024	0,030	0,025	0,030	0,016
Св. 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 1,0 » 2 »	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
» 2 » 5 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,10
» 5 » 8 »	0,24	0,30	0,25	0,30	0,16

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с трилоном Б в кислой среде, титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка, разрушении комплексоната алюминия фторидом натрия и последующем титровании освободившегося трилона Б уксуснокислым цинком в присутствии ксиленолового оранжевого. Алюминий отделяют от кальция, магния и марганца осаждением уротропином вместе с железом, хромом, титаном, которые затем отделяют осаждением гидроокисью натрия.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Железо карбонильное (99,99 %).

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий уксуснокислый трехводный по ГОСТ 199.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1; 1:4; 1:19.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 250 г/дм³.

Никель двухлористый 6-водный по ГОСТ 4038, раствор 20 г/дм³.

Гексаметилентетрамин (уротропин), растворы 250 и 50 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 460 г/дм³. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Буферный раствор (pH 5,7-5,8) : 300 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, прибавляют 6 см³ уксусной кислоты, доводят водой до объема 1 дм³ и перемешивают.

Цинк уксуснокислый, 2-водный по ГОСТ 5823, раствор 0,025 моль/дм³: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 5 см³ уксусной кислоты, разбавляют водой до объема 1 дм³ и перемешивают. Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка устанавливают по стандартному раствору алюминия. В стакан вместимостью 300—400 см³ помещают стандартный раствор алюминия, навески металлического марганца и карбонильного железа в количествах, соответствующих содержанию их в навеске пробы. Далее анализ ведут, как указано в пп. 3.3.1—3.3.5.

Раствор контрольного опыта готовят без введения стандартного раствора алюминия.

Массовую концентрацию (c) раствора уксуснокислого цинка в граммах окиси алюминия на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{V - V_1},$$

где m — масса окиси алюминия в аликвоте стандартного раствора алюминия, г;

V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на второе титрование стандартного раствора алюминия, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на второе титрование раствора контрольного опыта, см³.

Динатриевая соль этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) 2-водная по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм³: 9,3 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Раствор фильтруют че-

рез фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, насыщенный раствор. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Стандартный раствор алюминия: 1,0584 г алюминия растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют несколько капель азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора и кипятят до удаления окислов азота. Для ускорения растворение алюминия ведут в присутствии платиновой спирали или 1 см³ раствора хлористого никеля как катализаторов. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят раствор водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,002 г окиси алюминия.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³, свежеприготовленный.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, смесь с хлористым калием в соотношении 1:100.

Метиловый оранжевый (пара-деметиламиноазобензолсульфокислый натрий), индикатор, раствор 1 г/дм³.

Бумага универсальная индикаторная.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Масса навески и объем аликвотной части в зависимости от содержания окиси алюминия указаны в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см³
От 1 до 3 включ.	1	100
Св. 3 » 5 »	0,5	100
» 5 » 8 »	0,5	50

Навеску помещают в стакан вместимостью 200 см³, смачивают водой и растворяют в 10—20 см³ соляной кислоты при нагревании. После разложения навески прибавляют 1—2 см³ азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают досуха. Приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Соли растворяют в 10 см³ соляной кислоты при нагревании, прибавляют 40 см³ горячей воды и фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой. Остаток на фильтре промывают 4—5 раз раствором соляной кислоты, разбавленной 1:19, затем горячей водой до исчезновения желтой окраски фильтра. Фильтрат сохраняют в качестве основного раствора.

3.3.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 600—700 °С. Тигель охлаждают, смачивают остаток несколькими каплями воды,

прибавляют 2—4 капли раствора серной кислоты, разбавленной 1:1 и 5—7 см³ раствора фтористоводородной кислоты, выпаривают до полного удаления паров серного ангидрида и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 1—2 мин. Остаток в тигле сплавляют с 1 г углекислого натрия в муфельной печи при температуре 950—1000 °С.

Охлажденный тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 20 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:4, 0,5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и растворяют плав при нагревании. Раствор кипятят и присоединяют к основному раствору.

3.3.3. Основной раствор выпаривают до объема 100 см³, нейтрализуют раствором аммиака до pH 2—3 по универсальной индикаторной бумаге. Затем прибавляют 20 см³ раствора хлористого аммония, перемешивают и медленно, по каплям, прибавляют 20 см³ раствора уротропина (250 г/дм³). Раствор нагревают до температуры 70—80 °С и выдерживают при указанной температуре в течение 10 мин. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Промывают 2—3 раза стенки стакана и 4—6 раз осадок на фильтре теплым раствором уротропина (50 г/дм³). Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан, где проводилось осаждение, оставшийся на фильтре осадок растворяют в 40—50 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая фильтрат в тот же стакан. Фильтр промывают 10—12 раз горячей водой.

3.3.4. Раствор выпаривают до объема 100 см³, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выпадения гидроокисей и прибавляют 20 см³ в избыток, хорошо перемешивают, нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. Раствор охлаждают, переводят с осадком в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. После отстаивания осадка раствор фильтруют через сухой плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.5. Аликвотную часть раствора согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют, если необходимо, до объема 100 см³, нейтрализуют раствором соляной кислоты, разбавленной 1:1, в присутствии 2—3 капель раствора метилового оранжевого и прибавляют 3 см³ в избыток. Прибавляют из бюретки 20 см³ раствора трилона Б, нагревают до кипения, кипятят в течение 1 мин и медленно нейтрализуют раствором аммиака в присутствии метилового оранжевого до перехода окраски раствора в желто-оранжевую. Прибавляют 20 см³ буферного раствора, охлаждают до комнатной температуры и титруют избыток раствора трилона Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии 0,030—0,040 г смеси ксиленолового оранжевого до перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

К раствору прибавляют 30 см³ раствора фтористого натрия и вновь кипятят раствор в течение 2 мин. После охлаждения к раствору прибавляют 0,030—0,040 г смеси ксиленолового оранжевого и титруют освободившийся трилон Б раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

3.3.6. Для внесения поправки на содержание окиси алюминия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю окиси алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{(V_2 - V_3) \cdot c \cdot K}{m_1},$$

где V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на второе титрование, см³;

V_3 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на второе титрование раствора контрольного опыта, см³;

c — массовая концентрация раствора уксуснокислого цинка по окиси алюминия, г/см³;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г;

K — коэффициент пересчета содержания окиси алюминия на содержание ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 22772.1, %.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения окиси алюминия — в соответствии с п. 2.4.2.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Метод основан на измерении атомного поглощения алюминия в пламени закись азота—ацетилен при длине волны 309,3 нм.

Пробу разлагают растворением в соляной кислоте с окислением азотной кислотой и последующим доплавлением нерастворимого остатка со смесью углекислого калия и борной кислоты.

4.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для алюминия.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Закись азота газообразная.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Смесь для сплавления: смесь углекислого калия и борной кислоты в соотношении 3:1.

Железо карбонильное (99,99 %).

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069 (не менее 99,95 %).

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:19.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Никель двухлористый, 6-водный по ГОСТ 4038, раствор 20 г/дм^3.

Стандартные растворы алюминия:

раствор А. 1,0584 г алюминия растворяют при нагревании в 50 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют несколько капель азотной кислоты, продолжают нагревание до прекращения вспенивания раствора и удаления окислов азота. Для ускорения растворения алюминия в соляной кислоте разложение ведут в присутствии платиновой спирали или 1 см^3 раствора хлористого никеля как катализаторов. Охлаждают раствор, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,002 г окиси алюминия;

раствор Б. 100 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,0002 г окиси алюминия.

Фоновый раствор: 12,5 г марганца и 1,25 г железа растворяют в стакане вместимостью 1,5 дм^3 в 625 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 25 см^3 азотной кислоты при нагревании, кипятят раствор до полного удаления окислов азота. Добавляют 18,75 г углекислого калия и 6,25 г борной кислоты, предварительно растворенных в воде. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.3. **Проведение анализа**

4.3.1. Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200—300 см^3, смачивают водой и растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1. После разложения навески прибавляют 2 см^3 азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают досуха. Соли растворяют в 10 см^3 соляной кислоты при нагревании, прибавляют 40 см^3 горячей воды и фильтруют через фильтр средней плотности, содержа-

щий фильтробумажную массу. Остаток на фильтре промывают 4—5 раз раствором соляной кислоты, разбавленной 1:19, затем горячей водой до исчезновения желтой окраски фильтра. Фильтрат сохраняют в качестве основного раствора.

4.3.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 600—700 °С. Тигель охлаждают, смачивают остаток несколькими каплями воды, прибавляют 2—4 капли раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, и 5—7 см³ раствора фтористоводородной кислоты, выпаривают досуха и прокаливают остаток при температуре 400—500 °С в течение 1—2 мин. Остаток в тигле сплавляют с 1 г смеси для сплавления в муфельной печи при температуре 950—1050 °С. Охлажденный тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 20 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:4, и растворяют плав при нагревании. Полученный раствор присоединяют к основному раствору. При необходимости раствор фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, предварительно промытый раствором соляной кислоты, разбавленной 1:19, и водой. Промывают остаток на фильтре 3—5 раз раствором соляной кислоты, разбавленной 1:19, и 3—4 раза водой.

Основной раствор, который при необходимости выпаривают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

4.3.3. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть основного раствора и раствор фона в соответствии с табл. 4, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Таблица 4

Массовая доля окиси алюминия, %	Объем аликвотной части, см³	Объем раствора фона, см³
От 0,1 до 2,5 включ.	Весь раствор	0
Св. 2,5 » 5 »	50	20
» 5 » 8 »	25	30

После прогрева горелки в течение 10 мин и получения стабильных показаний раствор вводят в пламя закись азота—ацетилен атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм.

Абсорбцию каждого раствора измеряют не менее двух раз и для расчета берут среднее арифметическое из полученных значений.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

4.3.4. Для приготовления раствора контрольного опыта навеску массой 0,05 г карбонильного железа и 0,5 г марганца помещают

в стакан вместимостью 200—300 см³, прибавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и анализ раствора контрольного опыта проводят через все стадии анализа.

По найденному значению атомной абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта находят содержание алюминия по градуировочному графику.

4.3.5. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ при содержании окиси алюминия от 0,1 до 0,5 % отбирают 5; 10; 20; 25 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 г окиси алюминия; при содержании окиси алюминия свыше 0,5 % отбирают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 г окиси алюминия.

Во все колбы прибавляют по 40 см³ фонового раствора, доводят растворы до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию, как указано в п. 4.3.3. Раствор шестой колбы, не содержащий стандартного раствора алюминия, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

По найденным значениям абсорбции растворов за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям окиси алюминия строят градуировочный график.

Примечания:

1. Поскольку диапазон линейности градуировочного графика зависит от чувствительности применяемого прибора, то регламентированные диапазоны содержаний окиси алюминия в анализируемых растворах (п. 4.3.3) и растворах для построения градуировочных графиков являются рекомендуемыми.

2. Растворы могут быть использованы для определения атомно-абсорбционным методом меди, свинца и цинка.

4.4. Обработка результатов

Обработку результатов анализа проводят в соответствии с пп. 2.4.1, 2.4.2.

ПРИЛОЖЕНИЕ
*Рекомендуемое**

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ И ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ (ИСО 4295—88)

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает методы определения содержания алюминия:

фотометрический — при содержании алюминия от 0,1 до 1,5 % (*m*/*m*);

гравиметрический — при содержании алюминия свыше 1,5 % (*m*/*m*).

* Используется при экспортно-импортных поставках.

2. Ссылки

ИСО 4296/1—84. Руды марганцевые. Отбор проб. Часть 1. Отбор единичной пробы.

ИСО 4296/2—83. Руды марганцевые. Отбор проб. Часть 2. Подготовка проб.

ИСО 4297—78. Руды и концентраты марганцевые. Методы химического анализа. Общие требования.

3. Фотометрический метод

3.1. Сущность метода

Растворение навески в соляной и азотной кислотах. Двойное упаривание раствора с соляной кислотой досуха. Растворение сухого остатка в соляной кислоте с добавлением раствора солянокислого гидроксиламина. Отделение нерастворимого остатка фильтрованием и сохранение фильтрата в качестве основного раствора.

Прокаливание остатка и обработка его серной и фтористоводородной кислотами. Сплавление прокаленного остатка с углекислым натрием. Растворение плава в соляной кислоте и объединение полученного раствора с основным раствором.

Отделение железа от алюминия осаждением его раствором гидроокиси калия в присутствии хлористого цинка и борной кислоты.

Фотометрическое определение с хромазуролом-S в присутствии поливинилового спирта и аскорбиновой кислоты.

3.2. Реакции

Метод основан на реакции взаимодействия алюминия с хромазуролом-S в присутствии поливинилового спирта в ацетатном буферном растворе (pH 6—7) с образованием окрашенного комплекса алюминия с хромазуролом-S в молекулярном отношении 1:3. Влияние железа (III) устраняется осаждением его щелочноборатной смесью, что предотвращает сорбцию алюминия осадком гидроокиси железа.

3.3. Реактивы

В ходе анализа используют реактивы только определенной аналитической квалификации и дистиллированную или эквивалентную ей по чистоте воду.

3.3.1. Аммоний уксуснокислый (CH_3COONH_4).

3.3.2. Кислота борная.

3.3.3. Натрий тетраборнокислый, безводный ($Na_2B_4O_7$).

3.3.4. Натрий углекислый, безводный.

3.3.5. Натрий уксуснокислый, 3-х водный ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$).

3.3.6. Смесь для сплавления: три части углекислого натрия (п. 3.3.4) и одна часть тетраборнокислого натрия (п. 3.3.3).

3.3.7. Буферный раствор, pH 6—7.

Растворяют 274 г уксуснокислого аммония (п. 3.3.1) в 400 см³ воды. Растворяют 109 г уксуснокислого натрия (п. 3.3.5) в 250 см³ воды. Объединяют растворы, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

3.3.8. Гидроксиламин солянокислый ($NH_2OH \cdot HCl$), раствор 100 г/дм³.

3.3.9. Калия гидроокись, не содержащая алюминия, раствор 470 г/дм³.

3.3.10. Калия гидроокись, не содержащая алюминия, раствор 50 г/дм³.

3.3.11. Кислота аскорбиновая ($C_6H_8O_6$), раствор 50 г/дм³. Раствор готовят непосредственно перед употреблением.

3.3.12. Кислота азотная, ρ 1,40 г/см³.

3.3.13. Кислота азотная, ρ 1,40 г/см³, разбавленная 1+1.

3.3.14. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³.

3.3.15. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³, разбавленна 1+1.

3.3.16. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³, разбавленная 1+50.

3.3.17. Кислота серная, ρ 1,84 г/см³, разбавленная 1+1.

3.3.18. Кислота фтористоводородная, 1,14 г/см³, раствор 40 % (*m*/*m*).

3.3.19. Спирт поливиниловый $[-CH_2CH(OH)CH_2CH(OH)]-n$, раствор 40 г/дм³.

Растворяют 4 г поливинилового спирта в 100 см³ воды при нагревании. Охлаждают раствор и фильтруют. Раствор готовят перед употреблением.

3.3.20. Хромазурол-S, раствор 1 г/дм³.

Растворяют 1 г хромазурола-S в 6 см³ азотной кислоты (п. 3.3.13), добавляют 500 см³ этилового спирта (п. 3.3.22) и 200 см³ воды, перемешивают. Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Раствор годен к употреблению в течение 14 дней.

3.3.21. Цинк хлористый, раствор 104,6 г/дм³.

Растворяют 104,6 г хлористого цинка в воде с добавлением 10 см³ соляной кислоты (п. 3.3.14), разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

3.3.22. Спирт этиловый (C_2H_5OH).

3.3.23. Алюминий, стандартный раствор 0,1 г/дм³.

Растворяют 0,1000 г металлического алюминия (99,95 %) в химическом стакане вместимостью 250 см³ в 25 см³ соляной кислоты (п. 3.3.15) при нагревании. Выпаривают раствор до влажных солей. Добавляют 5 см³ соляной кислоты (п. 3.3.15), обмывают стенки стакана водой и нагревают раствор до растворения солей. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 0,1 мг алюминия.

3.3.24. Алюминий, стандартный раствор 0,01 г/дм³.

10 см³ стандартного раствора алюминия (п. 3.3.23) отбирают пипеткой и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,01 мг алюминия.

3.3.25. Железо, стандартный раствор 1 г/дм³.

Растворяют 1 г металлического железа (99,95 %) в химическом стакане вместимостью 250 см³ в 15 см³ соляной кислоты (п. 3.3.14) при нагревании. Добавляют 3—5 см³ азотной кислоты (п. 3.3.12) и кипятят раствор до полного удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 1 мг железа.

3.4. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование

3.4.1. Спектрофотометр или фотокалориметр.

3.5. Отбор и подготовка проб

Отбор проб марганцевых руд проводят в соответствии с ИСО 4296/1, подготовку проб — в соответствии с ИСО 4296/2.

3.6. Выполнение определения

3.6.1. *Число определений*

Для каждого образца руды анализ проводят в двух независимых определениях воздушно-сухой пробы.

3.6.2. *Навеска пробы*

Взвешивают 1 г анализируемой пробы и помещают ее в химический стакан вместимостью 100 или 250 см³.

3.6.3. *Определение*

3.6.3.1. **Разложение навески**

В химический стакан с навеской (п. 3.6.2) добавляют 10—20 см³ соляной кислоты (п. 3.3.14) и растворяют навеску пробы при нагревании. Добавляют 1 см³ азотной кислоты (п. 3.3.12), кипятят раствор и выпаривают досуха. Сухой остаток увлажняют 10 см³ соляной кислоты (п. 3.3.14) и вновь упаривают досуха. Повторяют выпаривание с 10 см³ соляной кислоты. Сухой остаток растворяют в 5—10 см³ соляной кислоты (п. 3.3.14) при нагревании в течение 3—5 мин, добавляют 30—40 см³ горячей воды и 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина (п. 3.3.8) и нагревают до кипения.

Отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, промывают 4—5 раз соляной кислотой (п. 3.3.16) и 6—8 раз горячей водой. Фильтрат сохраняют в качестве основного раствора.

3.6.3.2. **Обработка остатка**

Фильтр с остатком переносят в платиновый тигель, высушивают и прокаливают при температуре 500—600 °С. Тигель охлаждают, увлажняют остаток 2—3 каплями воды, добавляют 1—2 капли серной кислоты (п. 3.3.17) и 8—10 см³ фтористоводородной кислоты (п. 3.3.18) и выпаривают досуха. Прокаливают тигель с остатком при температуре 400—500 °С, охлаждают, добавляют в тигель 0,5—1,0 г углекислого натрия (п. 3.3.4) и сплавляют при температуре 1100 °С в течение 15 мин. Если проба трудно растворима, доплавление нерастворимого остатка ведут с 1 г смеси для сплавления (п. 3.3.6) при той же температуре.

Тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ горячей соляной кислоты (п. 3.3.15), 20 см³ воды и 0,5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина (п. 3.3.8). После растворения плава тигель удаляют из стакана, ополаскивая его водой. Раствор кипятят в течение 3—5 мин для удаления двуокиси углерода и разложения алюмината. Полученный раствор присоединяют к основному раствору.

3.6.3.3. **Подготовка раствора для фотометрического измерения**

Объединенный раствор (п. 3.6.3.2) выпаривают до объема 50—60 см³, добавляют 5 см³ раствора хлористого цинка (п. 3.3.21) и 1 г борной кислоты (п. 3.3.2). Раствор нагревают до кипения и осторожно, при постоянном перемешивании, вливают его в кварцевый химический стакан, содержащий 30 см³ раствора гидроокиси калия (п. 3.3.9). Раствор перемешивают в течение 3 мин с помощью магнитной мешалки, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. После отстаивания осадка раствор фильтруют через двойной фильтр средней плотности в кварцевый химический стакан, отбрасывая первые порции фильтрата

Для определения используют полученный раствор или проводят дополнительное разбавление раствора в зависимости от ожидаемого содержания алюминия в соответствии с табл. 5.

Таблица 5

Предполагаемое содержание алюминия, % (*m*/*m*)	Аликвота раствора I, см³	Разбавление II, см³	Аликвота раствора II, см³	Содержание алюминия в аликвоте раствора, мг
От 0,1 до 0,3	5	—	—	От 0,010 до 0,030
» 0,3 » 0,5	100	250	5	» 0,012 » 0,020
» 0,5 » 1,5	50	250	5	» 0,010 » 0,030

Аликвоту раствора 5 см³ помещают в стакан вместимостью 50 см³, содержащий 1,5 см³ соляной кислоты (п. 3.3.15) и 15 см³ воды. Добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты (п. 3.3.11), через 5 мин устанавливают pH раствора 1,5, добавляя по каплям раствор гидроокиси калия (п. 3.3.10) или соляной кислоты (п. 3.3.15). Контроль ведут по pH-метру. Переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора хромазурола-S (п. 3.3.20) при перемешивании, 5 см³ раствора поливинилового спирта (п. 3.3.19) и 20 см³ буферного раствора (п. 3.3.7), доливают водой до метки и перемешивают.

3.6.3.4. **Фотометрическое измерение**

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют через 60 мин на спектрофотометре или фотокалориметре в кювете с толщиной поглощающего

слоя 10 мм при длине волны 610—620 нм, используя в качестве раствора сравнения воду.

3.6.3.5. **Контрольный опыт**

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт с добавлением стандартного раствора железа (п. 3.3.25) в количестве, соответствующем содержанию железа в анализируемой пробе.

3.6.3.6. **Построение градуировочного графика**

В семь стаканов вместимостью 100 см³, содержащих 5 см³ раствора контрольного опыта, 1,5 см³ соляной кислоты (п. 3.3.15) и 15 см³ воды, с помощью бюретки вводят 0,0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см³ стандартного раствора алюминия (п. 3.3.24), что соответствует 0,0; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030; 0,035 мг алюминия. Добавляют 1 см³ аскорбиновой кислоты (п. 3.3.11), перемешивают и через 5 мин устанавливают pH раствора 1,5 на pH-метре, добавляя по каплям раствор гидроокиси калия (п. 3.3.10) или соляной кислоты (п. 3.3.15). Переливают растворы в мерные колбы вместимостью 100 см³, к каждому раствору добавляют при перемешивании раствор хромазурола-S (п. 3.3.20), 5 см³ поливинилового спирта (п. 3.3.19) и 20 см³ буферного раствора (п. 3.3.7), доливают водой до метки и перемешивают.

Через 60 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.6.3.4.

Строят градуировочный график по найденным значениям оптической плотности (за вычетом оптической плотности раствора, не содержащего алюминий) и соответствующим им содержаниям алюминия.

3.7. Выражение результатов

3.7.1. *Расчет содержания алюминия*

По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора за вычетом величины оптической плотности контрольного опыта находят содержание алюминия по градуировочному графику (п. 3.6.3.6).

Содержание алюминия (X_{A1}) в процентах (m/m) вычисляют по формуле

$$X_{A1} = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} \cdot K = \frac{m_1}{m_2 \cdot 10} \cdot K,$$

где m_1 — масса алюминия в аликвоте анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса навески пробы, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

K — коэффициент пересчета содержания алюминия на содержание его в сухом материале.

3.7.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Содержание алюминия, % (m/m)	Допускаемые расхождения	
	Три параллельных определения, % (m/m)	Два параллельных определения, % (m/m)
От 0,10 до 0,20	0,025	0,02
» 0,20 » 0,50	0,04	0,03
» 0,50 » 1,00	0,08	0,07
» 1,0 » 1,5	0,10	0,08

4. Гравиметрический оксихинолиновый метод

4.1. Сущность метода

Растворение навески в соляной кислоте и выпаривание раствора досуха. Растворение сухого остатка в соляной кислоте и отделение осадка кремниевой кислоты фильтрованием, сохранение фильтрата в качестве основного раствора.

Прокаливание остатка и обработка его серной и фтористоводородной кислотами. Сплавление прокаленного остатка с углекислым натрием. Растворение плава в соляной кислоте и объединение полученного раствора с основным раствором.

Осаждение алюминия раствором однозамещенного фосфата аммония в уксусной среде в присутствии тиосульфата натрия. Фильтрование раствора и сплавление осадка с углекислым натрием после прокаливания.

Растворение плава в горячей воде и отфильтровывание нерастворимого остатка. Осаждение алюминия в фильтрате 8-оксихинолином в присутствии уксуснокислого аммония. Фильтрование осадка. Озоление и прокаливание до постоянной массы.

4.2. Реакции

Метод основан на реакции осаждения алюминия оксихинолином после отделения его от большинства сопутствующих элементов в виде фосфорнокислой соли в уксуснокислой среде в присутствии тиосульфата натрия.

4.3. Реактивы

В ходе анализа используют реактивы только определенной аналитической квалификации и дистиллированную или эквивалентную ей по чистоте воду.

4.3.1. Натрий тетраборнокислый, безводный ($Na_2B_4O_7$).

4.3.2. Натрий углекислый, безводный.

4.3.3. Смесь для сплавления: три части углекислого натрия (п. 4.3.2) и одна часть тетраборнокислого натрия (п. 4.3.1).

4.3.4. Кислота щавелевая ($H_2C_2O_4$).

4.3.5. Аммиак, ρ 0,91 г/см³.

4.3.6. Аммоний азотнокислый, раствор 20 г/дм³.

20 г азотнокислого аммония растворяют в 1000 см³ горячей воды. Добавляют раствор аммиака (п. 4.3.5) до тех пор, пока окраска индикатора метилового красного (п. 4.3.21) не станет желтой.

4.3.7. Аммоний уксуснокислый ($CH_3 \cdot COONH_4$), раствор 200 г/дм³.

4.3.8. Аммоний фосфорнокислый, однозамещенный [$(NH_4)_2HPO_4$], раствор 100 г/дм³.

4.3.9. Кислота азотная, ρ 1,40 г/см³.

4.3.10. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³.

4.3.11. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³, разбавленная 1+4.

4.3.12. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³, разбавленная 1+50.

4.3.13. Кислота серная, ρ 1,84 г/см³, разбавленная 1+1.

4.3.14. Кислота фтористоводородная, ρ 1,14 г/см³, 40 %-ный раствор (*m/m*).

4.3.15. Кислота уксусная, ледяная, ρ 1,05 г/см³.

4.3.16. Кислота уксусная, ρ 1,05 г/см³, разбавленная 1+1.

4.3.17. Натрий углекислый, раствор 10 г/дм³.

4.3.18. Натрий серноватистокислый (тиосульфат), 5-водный ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), раствор 50 г/дм³.

4.3.19. 8-оксихинолин (C_9H_7OH), раствор 50 г/дм³.

Растворяют 50 г 8-оксихинолина в 100 см³ уксусной кислоты (п. 4.3.16), добавляют 900 см³ воды, нагревают до 60 °С для полного растворения, охлаждают и фильтруют.

4.3.20. Спирт этиловый (C_2H_5OH).

4.3.21. Метиловый красный, индикатор, спиртовый раствор 1 г/дм³

4.4. Отбор и подготовка проб

Отбор проб марганцевых руд проводят в соответствии с ИСО 4296/1, подготовку проб — в соответствии с ИСО 4296/2.

4.5. Выполнение определения

4.5.1. *Число определений*

Для каждого образца руды анализ проводят в двух независимых определениях воздушно-сухой пробы.

4.5.2. *Контрольный опыт*

Контрольный опыт проводят через все стадии анализа.

4.5.3. *Навеска пробы*

Взвешивают 0,5—1 г анализируемой пробы в химический стакан вместимостью 100 или 250 см³.

4.5.4. *Определение*

4.5.4.1. **Разложение навески**

В химический стакан с навеской (п. 4.4.1) добавляют 10—20 см³ соляной кислоты (п. 4.3.10) и растворяют при нагревании. Добавляют 1 см³ азотной кислоты (п. 4.3.9), кипятят раствор и выпаривают его досуха. Сухой остаток увлажняют 10 см³ соляной кислоты (п. 4.3.10) и выпаривают снова досуха. Повторяют выпаривание с 10 см³ соляной кислоты (п. 4.3.10). Приливают 10—15 см³ соляной кислоты (п. 4.3.10) к сухому остатку, нагревают в течение 3—5 мин, приливают 30—40 см³ горячей воды и нагревают до кипения.

Отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (п. 4.3.12) и 6—8 раз горячей водой. Сохраняют фильтрат в качестве основного раствора.

4.5.4.2. **Обработка остатка**

Фильтр с остатком переносят в платиновый тигель, высушивают и прокаливают при температуре 500—600 °С. Тигель охлаждают, увлажняют остаток 2—3 каплями воды, прибавляют 2—3 капли серной кислоты (п. 4.3.13) и 8—10 см³ фтористоводородной кислоты (п. 4.3.14) и выпаривают досуха. Прокаливают тигель с остатком при температуре 400—500 °С, охлаждают, добавляют в тигель 1 г углекислого натрия (п. 4.3.2) и сплавляют при температуре 1100 °С в течение 15 мин. Если проба трудно растворима, доплавление нерастворимого остатка проводят с 1 г смеси для сплавления (п. 4.3.3) при той же температуре.

Тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 50—60 см³ соляной кислоты (п. 4.3.11) и нагревают до полного растворения плава. Тигель удаляют из стакана, ополаскивая его водой, и полученный раствор присоединяют к основному раствору.

4.5.4.3. **Отделение алюминия от сопутствующих компонентов**

К объединенному раствору приливают 20 см³ раствора однозамещенного фосфорнокислого аммония (п. 4.3.8), 4—5 капель раствора метилового красного (п. 4.3.21) и раствор аммиака (п. 4.3.5) до изменения цвета индикатора. При этом раствор мутнеет вследствие выделения осадка.

К раствору приливают 4 см³ соляной кислоты (п. 4.3.10), перемешивают до растворения осадка и доливают теплой водой до объема 300—400 см³. Если раствор остается мутным, осторожно, по каплям, добавляют соляную кислоту (п. 4.3.10), перемешивая раствор после добавления каждой капли, до полного растворения осадка. Затем последовательно добавляют 60 см³ раствора тиосульфата натрия (п. 4.3.18), 25 см³ уксусной кислоты (п. 4.3.16), 15 см³ раствора уксуснокислого аммония (п. 4.3.7) и кипятят раствор в течение 10—15 мин для коагуляции серы и просветления раствора. Отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Промывают стакан и фильтр 6—8 раз горячим раствором азотнокислого аммония (п. 4.3.6).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и прокаливают при температуре 500—600 °С.

После охлаждения тигля добавляют 3—4 г углекислого натрия (п. 4.3.2) и сплавляют при температуре 950—1000 °С.

Плав выщелачивают в 50—60 см³ горячей воды, тигель обмывают водой и кипятят раствор в течение 10—15 мин. Если раствор при этом окрашивается в

зеленый цвет, добавляют 1—2 капли этилового спирта (п. 4.3.20) и вновь кипятят до обесцвечивания раствора. Осадок отфильтровывают, промывают его 5—6 раз горячим раствором углекислого натрия (п. 4.3.17) и отбрасывают.

4.5.4.4. **Осаждение алюминия**

К фильтрату добавляют 4—5 капель метилового красного (п. 4.3.21), солянную кислоту (п. 4.3.11) до изменения цвета индикатора и 30 см³ раствора 8-оксихинолина (п. 4.3.19). Затем приливают 50 см³ раствора уксуснокислого аммония (п. 4.3.7), доливают водой до 250 см³, нагревают раствор до 60—70 °С и оставляют на 1—2 ч для коагуляции осадка. Если осадок оксихинолята алюминия не коагулирует, добавляют несколько капель раствора аммиака (п. 4.3.5).

Отфильтровывают осадок на плотный фильтр, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают его теплой водой до обесцвечивания промывных вод.

4.5.4.5. **Прокаливание осадка**

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, сверху покрывают его слоем щавелевой кислоты для предотвращения улетучивания оксихинолята алюминия, высушивают, тщательно озоляют при температуре 450—500 °С и прокаливают при температуре 1100—1150 °С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.6. **Выражение результатов**

4.6.1. *Расчет содержания алюминия*

Содержание алюминия (X_{Al}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Al}=\frac{(m_3-m_4)\cdot 0{,}5293\cdot 100}{m_5}\cdot K=\frac{(m_3-m_4)\cdot 52{,}93}{m_5}\cdot K,$$

где m_3 — масса осадка окиси алюминия, г;

m_4 — масса осадка окиси алюминия контрольного опыта, г;

m_5 — масса навески пробы, г;

0,5293 — коэффициент пересчета окиси алюминия на алюминий;

K — коэффициент пересчета содержания алюминия на содержание его в сухом материале.

4.6.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 7.

Таблица 7

Содержание алюминия, % (*m*/*m*)	Допускаемые расхождения	
	Три параллельных определения, % (*m*/*m*)	Два параллельных определения, % (*m*/*m*)
От 1,5 до 4,0	0,15	0,13

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), **Н. А. Зобнина, Н. Н. Шавкунова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 19.07.90 № 2218

3. Срок первой проверки — 1994 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4522—84

5. Стандарт соответствует ИСО 5889—83 в части атомно-абсорбционного метода и ИСО 4295—88 в части фотометрического метода

6. Взамен ГОСТ 22772.10—85

7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 61—75	2.2; 3.2	ГОСТ 6008—82	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 83—79	2.2; 3.2	ГОСТ 6563—75	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 199—78	2.2; 3.2	ГОСТ 6691—77	2.2
ГОСТ 3117—78	2.2	ГОСТ 9656—75	2.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2; 4.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3760—79	3.2	ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 3773—72	3.2	ГОСТ 11069—74	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4038—79	2.2, 3.2; 4.2	ГОСТ 16598—80	1.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2; 4.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 4221—76	4.2	ГОСТ 22772.0—77	1.1
ГОСТ 4234—77	3.2	ГОСТ 22772.1—77	2.4.1; 3.4.1; 4.4.1
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2	ГОСТ 22772.8—90	1.3
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 22772.9—90	Вводная часть
ГОСТ 4529—78	2.2	ИСО 4296/1—84	Приложение
ГОСТ 5456—79	2.2, 3.2	ИСО 4296/2—83	Приложение
ГОСТ 5457—75	4.2	ИСО 4297—78	Приложение
ГОСТ 5892—78	3.2		

gost.e-ecolog.ru