УДК 622.346.1—15 : 546.621—31.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы определения оксида алюминия

Chromium ores and concentrates.
Methods for determination of aluminium oxide

ГОСТ 15848.10—90
(ИСО 8889—88)

ОКСТУ 0741

Дата введения 01.01.92
до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения оксида алюминия от 3 до 30% и атомно-абсорбционный метод определения оксида алюминия от 3 до 15 %. Метод определения алюминия по международному стандарту ИСО 8889—88 указан в приложении.

Титриметрический комплексонометрический метод применяют для анализа хромовых руд и концентратов, содержащих менее 0,05 % цинка.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 15848.0.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на образовании бесцветного комплексного соединения алюминия с трилоном Б и последующем титровании избытка трилона Б раствором цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Навеску пробы разлагают азотной и хлорной кислотами. Нерастворимый остаток доплавляют с углекислым натрием после отгонки кремнефторида.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

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

pH-метр, иономер.

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1 : 1, 1 : 10 и 1 : 100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или 14262, разбавленная 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 (хлорид калия).

Гексаметилентетрамин (уротропин), растворы с массовой концентрацией 250 и 5 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 (гидроксид натрия), раствор с массовой концентрацией 200 и 10 г/дм^3 (хранить в полиэтиленовой посуде).

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Буферный раствор, pH 5,5—5,9: 500 г аммония уксуснокислого растворяют в 1 дм^3 воды, приливают 30 см^3 уксусной кислоты и перемешивают. Измеряют pH на pH-метре и доводят до нужного значения, приливая раствор гидроксида натрия (10 г/дм^3) или уксусную кислоту.

Фенолфталеин(индикатор). Спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор); смесь индикатора с хлористым калием в массовом соотношении 1 : 100.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652 (ЭДТА), комплексон III), раствор с молярной концентрацией эквивалента $c(^1/_2$ ЭДТА) = 0,1 моль/дм^3. 18,6 г соли растворяют при нагревании в 200—250 см воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, доливают до 1 дм^3 водой и перемешивают.

Цинк по ГОСТ 3640.

Стандартный раствор цинка с молярной концентрацией эквивалента $c(^1/_2$Zn) = 0,1 моль/дм^3: 3,2690 г металлического цинка растворяют в 30 см^3 соляной кислоты (1 : 1), приливают 3—4 капли азотной кислоты и раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Приливают 200 см^3 воды, раствор перемешивают, нагревают до растворения солей и охлаждают. К раствору приливают 25 см^3 буферного раствора, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора цинка соответствует 0,002549 г оксида алюминия.

Для установления соотношения между объемами растворов цинка и трилона Б в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают аликвотную часть раствора контрольного опыта, равную аликвоте раствора пробы, полученного по п 2.2, приливают 20 см^3

раствора трилона Б, нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия (10 г/дм³). Приливают по каплям соляную кислоту (1:100) до обесцвечивания раствора, 15 см³ буферного раствора и кипятят 3—4 мин. Раствор охлаждают и титруют раствором цинка в присутствии 0,1—0,15 г смеси ксиленолового оранжевого и хлористого калия до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

Соотношение *(K)* между объемами растворов трилона Б и цинка, вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, взятый для титрования, см³.

2.3. **Проведение анализа**

Навеску хромовой руды или концентрата массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 5 см³ азотной и 50 см³ хлорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и затем еще 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждают, обмывают его стенки и стекло водой, вновь нагревают до выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Эту операцию повторяют до возможно более полного растворения навески.

После разложения навески приступают к операции отгонки хрома. Отодвигают часовое стекло и осторожно, по каплям, приливают по стенкам стакана соляную кислоту до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила; хром при этом восстанавливается до трехвалентного. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома. Операцию отгонки хрома повторяют до удаления основной массы хрома. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ горячей воды, нагревают до растворения солей. Часовое стекло и стенки стакана обмывают водой. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок промывают 8—10 раз горячей соляной кислотой (1 : 100) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют в качестве основного раствора. Осадок вместе с фильтром переносят в платиновый тигель, высушивают, фильтр озоляют и осадок прокаливают при температуре 800—900 °С. Тигель охлаждают, приливают 3—5 капель серной кислоты (1 : 1), 5 см³ фтористоводородной кислоты, содержимое тигля упаривают досуха и прокаливают при температуре 800—900 °С. Тигель охлаждают и остаток сплавляют с 1—2 г углекислого натрия при температуре 980—1000 °С. Плав выщелачивают при нагревании в 30—40 см³ соляной кислоты (1 : 10). Раствор присоединяют к основному раствору, приливают 5 см³

хлорной кислоты и нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 50 см³ горячей воды. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления небольшого осадка гидроксидов. Осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту до растворения осадка (pH раствора около 1—1,5), 20 см³ раствора уротропина (250 г/дм³) и выдерживают при температуре 70—80 °С в течение 15—20 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стенки стакана обмывают 2—3 раза теплым раствором уротропина (5 г/дм³) и осадок на фильтре промывают 5—6 раз этим же раствором. Осадок гидроксидов смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр обмывают 20 см³ соляной кислоты (1 : 1) и промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой (1:100). Раствор нагревают до растворения гидроксидов и упаривают примерно до 50 см³.

В стакан вместимостью 400 см³ наливают 100 см³ раствора гидроксида натрия (200 г/дм³) и нагревают до кипения. По стенке стакана при перемешивании вливают анализируемый раствор в раствор гидроксида натрия, охлаждают и фильтруют через фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 7—8 раз раствором гидроксида натрия (10 г/дм³). Фильтрат собирают в стакан вместимостью 500 см³. К раствору приливают по каплям соляную кислоту (1 : 1) до появления и растворения осадка. Раствор (если необходимо) упаривают, охлаждают и, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Примечание. При работе со щелочными растворами предпочтительно пользоваться кварцевыми стаканами

К аликвотной части раствора 200 см³ — при массовой доле алюминия от 3 до 15 %, 100 см³ — при массовой доле алюминия от 15 до 30 % приливают 20 см³ раствора трилона Б, 3—5 капель раствора фенолфталеина и при перемешивании приливают раствор гидроксида натрия (10 г/дм³) до появления красно-фиолетовой окраски. Приливают по каплям соляную кислоту (1 : 1) до обесцвечивания раствора, 15 см³ буферного раствора и кипятят 3—4 мин. Раствор охлаждают. Избыток трилона Б титруют раствором цинка в присутствии 0,1—0,15 г смеси индикатора ксиленолового оранжевого с хлористым калием до перехода окраски из желтой в малиново-красную.

2.4. **Обработка результатов**

Массовую долю оксида алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{(V_2 K - V_3) \cdot 0{,}002549 \cdot 100}{m},$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, взятый для анализа, см³;

K — соотношение между объемами растворов цинка и трилона Б;

V_3 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

0,002549 — массовая концентрация раствора цинка по оксиду алюминия, г/см³;

m — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата, соответствующая аликвоте раствора, взятой для титрования, г.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения свободными атомами алюминия, образующимися при распылении анализируемого раствора в пламени закись азота-ацетилен при длине волны 309,3 нм. Навеску пробы разлагают в смеси азотной и хлорной кислот. Нерастворимый остаток доплавляют с углекислым натрием после отгонки кремнефторида.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1 : 1, 1 : 10, 1 : 100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см³.

Гексаметилентетрамин (уротропин), растворы с массовой концентрацией 250 и 5 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Калий хлористый по ГОСТ 4234 (хлорид калия), раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Алюминий первичный по ГОСТ 11068.

Стандартный раствор алюминия: 1,0584 г алюминия растворяют в 50 см³ соляной кислоты (1 : 1), приливают 5—7 капель азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора и кипятят до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,002 г оксида алюминия.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Закись азота (динитроксид).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску хромовой руды или концентрата массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 5 см³ азотной и 50 см³ хлорной кислот, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждают, обмывает его стенки и часовое стекло водой, вновь нагревают до выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Эту операцию повторяют до возможно более полного растворения навески.

Отодвигают часовое стекло и осторожно, по каплям, приливают по стенкам стакана соляную кислоту до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила; хром при этом восстанавливается до трехвалентного. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома. Операцию отгонки хлористого хромила повторяют до удаления основной массы хрома. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ горячей воды, нагревают до растворения солей. Часовое стекло и стенки стакана обмывают водой. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок промывают 8—10 раз горячей соляной кислотой (1 : 100) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют в качестве основного раствора. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—900 °С. Тигель охлаждают, приливают 3—5 капель серной кислоты (1 : 1), 5 см³ фтористоводородной кислоты, содержимое тигля упаривают досуха и прокаливают при 800—900 °С. Тигель охлаждают и остаток сплавляют с 1—2 г углекислого натрия при 980—1000 °С. Плав выщелачивают при нагревании в 30—40 см³ соляной кислоты (1 . 10).

Раствор присоединяют к основному раствору, приливают 5 см³ хлорной кислоты и нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты, охлаждают. Соли растворяют в 50 см³ горячей воды. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления небольшого осадка гидроксидов. Осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту до растворения осадка, 20 см³ раствора уротропина (250 г/дм³) и выдерживают при 70—80 °С в течение 15—20 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз раствором уротропина (5 г/дм³). Осадок гидроксидов смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр обмывают 20 см³ соляной кислоты (1 : 1) и промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой (1 : 100). Раствор нагревают до растворения гидроксидов, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, при-

ливают 2,5 см³ раствора хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор распыляют в пламени закись азота — ацетилен и измеряют абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм. Процесс измерения для каждого раствора проводят не менее двух раз и для расчета берут среднее арифметическое абсорбции. При смене раствора систему распыления промывают водой до получения нулевого значения на шкале прибора.

По найденным значениям абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта находят массу оксида алюминия по градуировочному графику, методом сравнения или методом ограничивающих растворов.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 250 см³ приливают 0; 1,0; 1,5; 2,5; 5,0; 7,5 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0; 0,002; 0,003; 0,005; 0,01; 0,015 г оксида алюминия. Затем приливают 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), 2,5 см³ раствора хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, не содержащий стандартного раствора алюминия, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика. Абсорбцию алюминия измеряют, как указано в п. 3.3.1.

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

Примечание. Диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, поэтому предполагаемые массы элемента в пробах и в растворах для построения градуировочного графика следует считать рекомендуемыми.

3.3.3. При нахождении массовой доли оксида алюминия по методу сравнения в три из четырех мерных колб вместимостью по 250 см³ приливают стандартный раствор алюминия в количестве, соответствующем предполагаемой массовой доле оксида алюминия; во все колбы приливают по 20 см³ соляной кислоты (1 : 1), 2,5 см³ раствора хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, не содержащий стандартного раствора алюминия, служит раствором контрольного опыта для раствора сравнения. Абсорбцию алюминия измеряют, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. При определении массовой доли оксида алюминия по методу ограничивающих растворов абсорбцию испытуемого раствора сравнивают с абсорбцией двух стандартных растворов, приготовленных, как указано в пп. 3.3.2 и 3.3.3. Абсорбция одного раствора должна быть приблизительно на 10—20% выше а второго — на 10—20% ниже абсорбции анализируемого раствора.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах при использовании градуировочного графика вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата, г.

3.4.2. Массовую долю оксида алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1},$$

где m_1 — масса оксида алюминия в растворе сравнения, г;

A — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата, г;

m — значение абсорбции анилизируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

A_1 — значение абсорбции раствора сравнения за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта.

3.4.3. Массовую долю оксида алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах при использовании метода ограничивающих растворов вычисляют по формуле, приведенной в п. 3.3.1.

Значение массы оксида алюминия (m_1) в граммах вычисляют по формуле

$$m_1 = m_2 + \frac{(m_3 - m_2) \cdot (A - A_2)}{A_3 - A_2},$$

где m_2 — масса оксида алюминия в стандартном растворе с более низкой концентрацией по сравнению с раствором анализируемой пробы, г;

m_3 — масса оксида алюминия в стандартном растворе с более высокой концентрацией по сравнению с раствором анализируемой пробы, г;

A — величина абсорбции раствора анализируемой пробы за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта;

A_2 — величина абсорбции стандартного раствора с массой m_2 за вычетом абсорбции соответствующего контрольного опыта;

A_3 — величина абсорбции стандартного раствора с массой m_3 за вычетом абсорбции соответствующего контрольного опыта.

3.4.4. Абсолютное допускаемое расхождение результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

не должно превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 3 до 10	0,3
Св. 10 » 20	0,45
» 20 » 30	0,6

ПРИЛОЖЕНИЕ

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Определение алюминия. Комплексонометрический метод (ИСО 8889—88)

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает комплексонометрический метод определения алюминия при массовой доле от 1,5 до 20,0 %

Настоящим международным стандартом следует пользоваться совместно с ГОСТ 15848 0 (ИСО 6629)

2. Ссылка

ГОСТ 15848 0 (ИСО 6629) Руды хромовые и концентраты Методы химического анализа Общие требования

3. Сущность метода

Навеску пробы разлагают хлорной, азотной и хлороводородной кислотами, отгоняя хром в виде хлористого хромила Нерастворимый остаток фильтруют, сохраняя фильтрат в качестве основного раствора

Озоляют остаток и обрабатывают серной и фтороводородной кислотами. Прокаленный остаток сплавляют с пиросернокислым натрием Растворяют плав и присоединяют полученный раствор к основному раствору Гидроксиды осаждают раствором аммиака и далее растворяют в хлороводородной кислоте Восстанавливают хромат — ионы до ионов Cr (II) пероксидом водорода Отделяют алюминий от железа и других элементов гидроксидом натрия

К аликвоте раствора приливают раствор ЭДТА Na_2, титруют избыток последнего раствором ацетата цинка, используя ксиленоловый оранжевый в качестве индикатора

4. Реактивы

4 1 Хлороводородная кислота, ρ 1 19 г/см³

4 2 Хлороводородная кислота, разбавленная 1 1

4 3 Хлороводородная кислота разбавленная 1 100

4 4 Азотная кислота, ρ 1,40 г/см³

4 5 Фтороводородная кислота 40 % ный раствор

4 6 Хлорная кислота, ρ 1,50 г/см³

4 7 Серная кислота, ρ 1,84 г/см³, разбавленная 1 1

4 8 Раствор аммиака, ρ 0,91 г/см³, разбавленный 1 1

4 9 Натрия гидроксид, 20 %-ный раствор

4 10 Натрия гидроксид, 1 %-ный раствор

4 11 Натрий пиросернокислый (пиросульфат, $Na_2S_2O_7$)

4 12 Аммоний хлористый, 2 %-ный раствор, доведенный до pH 7—8 раствором аммиака

4 13 Фенолфталеин, индикатор 10 г/дм³, спиртовый раствор

Растворяют 1 г индикатора в 100 см³ 60 % ного этилового спирта

4 14 Натрий фтористый, 4 %-ный раствор Хранится в полиэтиленовой бутыли

4 15 Буферный раствор pH 5 5—5 9

Растворяют 500 г аммония уксуснокислого в 1000 см³ воды при прибавлении 30 см³ уксусной кислоты (ρ 1,0549 г/см³) и перемешивают. Замеряют pH на pH метре и подгоняют, добавляя гидроксид натрия (п. 4.10) или уксусную кислоту.

4.16. Ксиленоловый оранжевый, индикатор, раствор 1 г/дм³.

4.17. Двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты, стандартный раствор c(ЭДТА Na_2) = 0,05 моль/дм³. Растворяют 18,6 г ЭДТА Na_2 в 200—250 см³ воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ с одной меткой, доливают водой до метки и перемешивают.

4.18. Цинк уксуснокислый, стандартный раствор

C_{Zn} = 0,05 моль/дм³. Растворяют 3,2690 г цинка (99,99 %) в 50 см³ хлороводородной кислоты (п. 4.2), приливают несколько капель азотной кислоты (п. 4.4) и выпаривают раствор почти досуха. Приливают 200 см³ воды, раствор перемешивают, нагревают до растворения солей и охлаждают, приливают 25 см³ буферного раствора (п. 4.15), раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ с одной меткой, доливают до метки и перемешивают.

1 см³ этого раствора соответствует 0,001349 г алюминия. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование.

5.1. pH метр.

6. Подготовка пробы

Используют измельченную воздушно-сухую пробу с размером частиц не более 160 мкм.

7. Проведение анализа

7.1. Разложение пробы

Навеску пробы массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 30 см³ хлорной кислоты (п. 4.6) и 5 см³ азотной кислоты (п. 4.4). Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до появления густых белых паров хлорной кислоты и продолжают нагревание для окисления хрома. Удаляют часовое стекло и осторожно по стенкам стакана по каплям приливают хлороводородную кислоту (п. 4.1), пока не прекратится выделение бурых паров хлористого хромила, хром при этом восстановится до трехвалентного. Вновь накрывают стакан часовым стеклом и нагревают раствор до полного окисления хрома. Повторяют отгонку хлористого хромила, чтобы полностью разложить пробу. Охлаждают раствор, приливают 50 см³ горячей воды, осторожно нагревают для растворения солей, затем нагревают почти до кипения. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством беззольной фильтробумажной массы, осадок промывают 12—15 раз горячей хлороводородной кислотой (п. 4.3) и дважды горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют в качестве основного раствора.

7.2. Обработка осадка

Осадок, полученный по п. 7.1 вместе с фильтром переносят в платиновый тигель, высушивают, озоляют фильтр и прокаливают при температуре 800—900 °С. Тигель охлаждают, осадок увлажняют 3—5 каплями серной кислоты (п. 4.7), приливают 5 см³ фтороводородной кислоты (п. 4.5), нагревают содержимое тигля до прекращения выделения паров серной кислоты и прокаливают при температуре 800—900 °С.

Тигель охлаждают и остаток сплавляют с 2 г пиросернокислого натрия (п. 4.11).

Плав выщелачивают при нагревании 30 см³ горячей воды Приливают 5—10 см³ хлорной кислоты (п 4 6) и раствор выпаривают до появления густых белых паров хлорной кислоты Удаляют остаточный хром отгонкой в виде хлористого хромила (см п 7 1) Раствор охлаждают, приливают 50 см³ горячей воды для растворения солей Полученный раствор присоединяют к основному раствору

7 3 Отделение алюминия

Полученный по п 7 2 раствор доливают до 200 см³ водой Устанавливают pH раствора в пределах 3—4 раствором аммиака (п 4 8) (контроль по индикаторной бумаге) и раствор нагревают до кипения По каплям приливают раствор аммиака (п 4 8) до pH 6,5—7 5 (контроль по индикаторной бумаге) и раствор кипятят в течение 2 мин Приливают 2 —3 капли раствора аммиака и осадку дают осесть

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы и промывают 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония (п 4 12).

Осадок на фильтре растворяют 20 см³ горячей хлороводородной кислоты (п 4 2), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение Промывают фильтр 7—8 раз горячей хлороводородной кислотой (п 4 3)

Раствор выпаривают до объема 50—100 см³ Устанавливают pH в пределах 5—6 (контроль по индикаторной бумаге), приливая раствор гидроксида натрия (п. 4,9), а затем его избыток 30 см³* Содержимое стакана нагревают до кипения кипятят 3—5 мин охлаждают и раствор фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы Промывают стакан и осадок на фильтре 7—8 раз раствором гидроксида натрия (п 4 10) Фильтрат собирают в стакан вместимостью 600 см³ и сохраняют

Осадок на фильтре растворяют 20 см³ горячей хлороводородной кислотой (п 4 2), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение Фильтр промывают 7—8 раз горячей хлороводородной кислотой (п 4 3) Раствор выпаривают до объема 50—100 см³ Приливают раствор гидроксида натрия (п 4 9) до pH 5 0—6,0 (контроль по индикаторной бумаге) и дают избыток 10 см³ Раствор нагревают до кипения и кипятят 3—5 мин, охлаждают и фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы Промывают стакан и осадок на фильтре 7—8 раз раствором гидроксида натрия (п 4 10) Полученный фильтрат присоединяют к основному раствору и подкисляют раствор добавлением хлороводородной кислоты (п 4 3) Раствор выпаривают до объема 50—100 см³, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³ с одной меткой, доливают водой до метки и перемешивают

7 4 Титрование

Берут аликвоту раствора до 200 см³ при массовой доле алюминия от 1 до 7,5 %, 100 см³ — при массовой доле алюминия от 7,5 до 15 % или 50 см³ — при массовой доле алюминия от 15 до 20 %. Приливают 20 см³ раствора ЭДТА NA (п 4.17), 3—5 капель раствора фенолфталеина (п 4.13) и, при помешивании, раствор гидроксида натрия (п 4 9) до появления фиолетовой окраски Приливают хлороводородную кислоту до обесцвечивания раствора, затем добавляют 15 см³ буферного раствора (п 4 15) и раствор кипятят в течение 3—4 мин Раствор охлаждают Избыток ЭДТА Na_2 титруют раствором уксуснокислого цинка (п 4 18) в присутствии 10 капель раствора ксиленолового оранжевого (п 4 16) до изменения окраски раствора от желтой к малиново-красной

Устанавливают pH в пределах 5,2—5,9 используя pH-метр, приливают 40 см³ раствора фтористого натрия (п 4 14) и снова кипятят в течение 2—3 мин Раствор охлаждают и титруют раствором уксуснокислого цинка (п 4 18) до изменения желтой окраски раствора в малиново-красную Регистрируют объем израсходованного на титрование уксуснокислого цинка

8. Обработка результатов

8 1 Расчет

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

$$X_{Al} = \frac{(V_1 - V_2)\ 0{,}001349\ 100}{m}\ K,$$

где V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка (п 4 18), израсходованный на титрование раствора ЭДТА Na_2 (п 4 17), соответствующего содержанию алюминия (см п 7 4), см³,

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³,

0,001349 — массовая концентрация раствора уксуснокислого цинка в г/см³ алюминия;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвоте испытуемого раствора, г,

K — коэффициент пересчета массовой доли алюминия на содержание его в сухом материале

8 2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений приведены в табл 2

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Допускаемые расхождения, %
От 1,5 до 3,0	0,08
Св 3,0 » 5,0	0,12
» 5,0 » 10,0	0,20
» 10,0 » 20,0	0,30

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. И. Стенина (руководитель темы), Н. В. Пенкина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3673
Прилсжение «Руды хромовые и концентраты. Определение алюминия. Комплексонометрический метод» настоящего стандарта подготовлено на основе прямого применения международного стандарта ИСО 8889—88

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15848.10—70

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2 2
ГОСТ 83—79	2 2, 3 2
ГОСТ 3117—78	2 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2
ГОСТ 3640—79	2 2
ГОСТ 4204—77	2 2 3 2
ГОСТ 4234—77	2 2 3 2
ГОСТ 4328—77	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2 3 2
ГОСТ 5457—75	3 2
ГОСТ 6563—75	2 2 3 2
ГОСТ 10484—78	2 2 3 2
ГОСТ 10652—73	2 2
ГОСТ 11069—74	3 2
ГОСТ 14261—77	2 2 3 2
ГОСТ 14262—78	2 2 3 2
ГОСТ 15848 0—90	1 приложение

gost.e-ecolog.ru