

**РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ**

Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 15848.10—90

Chromium ores and concentrates.

(ИСО 8889—88)

Methods for determination of aluminium oxide

ОКСТУ 0741

Дата введения 01.01.92

до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрический комплексометрический 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 комплексометрический 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 КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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.

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<sup>3</sup>.

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).

Гексаметиленetetрамин (уротропин), растворы с массовой концентрацией 250 и 5 г/дм<sup>3</sup>.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

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

Фенолфталеин (индикатор). Спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

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  $c(1/2 \text{ ЭДТА}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>. 18,6 г соли растворяют при нагревании в 200—250 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, доливают до 1 дм<sup>3</sup> водой и перемешивают.

Цинк по ГОСТ 3640.

Стандартный раствор цинка с молярной концентрацией эквивалента  $c(1/2 \text{ Zn}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>: 3,2690 г металлического цинка растворяют в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), приливают 3—4 капли азотной кислоты и раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Приливают 200 см<sup>3</sup> воды, раствор перемешивают, нагревают до растворения солей и охлаждают. К раствору приливают 25 см<sup>3</sup> буферного раствора, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора цинка соответствует 0,002549 г оксида алюминия.

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

раствора трилона Б, нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроксида натрия ( $10 \text{ г/дм}^3$ ). Приливают по каплям соляную кислоту (1:100) до обесцвечивания раствора,  $15 \text{ см}^3$  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,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ .

### 2.3. Проведение анализа

Навеску хромовой руды или концентрата массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $5 \text{ см}^3$  азотной и  $50 \text{ см}^3$  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 хромилла; 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  $100 \text{ см}^3$  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  $400 \text{ см}^3$  и сохраняют в качестве основного раствора. Осадок вместе с фильтром переносят в платиновый тигель, высушивают, фильтр озоляют и осадок прокаливают при температуре  $800\text{—}900^\circ\text{C}$ . Тигель охлаждают, приливают 3—5 капель серной кислоты (1:1),  $5 \text{ см}^3$  фтористоводородной кислоты, содержимое тигля упаривают досуха и прокаливают при температуре  $800\text{—}900^\circ\text{C}$ . Тигель охлаждают и остаток сплавляют с 1—2 г углекислого натрия при температуре  $980\text{—}1000^\circ\text{C}$ . Плав выщелачивают при нагревании в  $30\text{—}40 \text{ см}^3$  соляной кислоты (1:10). Раствор присоединяют к основному раствору, приливают  $5 \text{ см}^3$

хлорной кислоты и нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 50 см<sup>3</sup> горячей воды. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления небольшого осадка гидроксидов. Осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту до растворения осадка (рН раствора около 1—1,5), 20 см<sup>3</sup> раствора уротропина (250 г/дм<sup>3</sup>) 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/дм<sup>3</sup>) 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой (1:100). Раствор нагревают до растворения гидроксидов и упаривают примерно до 50 см<sup>3</sup>.

В стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> наливают 100 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (200 г/дм<sup>3</sup>) 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/дм<sup>3</sup>). Фильтрат собирают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Примечание. При работе со щелочными растворами предпочтительно пользоваться кварцевыми стаканами.

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

#### 2.4. Обработка результатов

Массовую долю оксида алюминия ( $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{(V_2 K - V_4) \cdot 0,002549 \cdot 100}{m},$$

где  $V_2$  — объем раствора трилона Б, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между объемами растворов цинка и трилона Б;

$V_3$  — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

0,002549 — массовая концентрация раствора цинка по оксиду алюминия, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — 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/см<sup>3</sup>.

Гексаметиленetetрамин (уротропин), растворы с массовой концентрацией 250 и 5 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Калий хлористый по ГОСТ 4234 (хлорид калия), раствор с массовой концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup>.

Алюминий первичный по ГОСТ 11068.

Стандартный раствор алюминия: 1,0584 г алюминия растворяют в 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> азотной и 50 см<sup>3</sup> 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 хромилла; хром при этом восстанавливается до трехвалентного. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома. Операцию отгонки хлористого хромилла повторяют до удаления основной массы хрома. Раствор охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:10).

Раствор присоединяют к основному раствору, приливают 5 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты, охлаждают. Соли растворяют в 50 см<sup>3</sup> горячей воды. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления небольшого осадка гидроксидов. Осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту до растворения осадка, 20 см<sup>3</sup> раствора уротропина (250 г/дм<sup>3</sup>) 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/дм<sup>3</sup>). Осадок гидроксидов смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр обмывают 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, при-

ливают 2,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают 0; 1,0; 1,5; 2,5; 5,0; 7,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, что соответствует 0; 0,002; 0,003; 0,005; 0,01; 0,015 г оксида алюминия. Затем приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 2,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают стандартный раствор алюминия в количестве, соответствующем предполагаемой массовой доле оксида алюминия; во все колбы приливают по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 2,5 см<sup>3</sup> 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 ( $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ) в процентах при использовании градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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 ( $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1},$$

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

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

$m$  — значение абсорбции анализируемого 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 ( $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ) 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 допустимое расхождение результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$



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

Таблица 1

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

## РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

### Определение алюминия. Комплексометрический метод (ИСО 8889—88)

#### 1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает комплексометрический 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 хромилла Нерастворимый остаток фильтруют, сохраняя фильтрат в качестве основного раствора

Озоляют остаток и обрабатывают серной и фтороводородной кислотами. Прокаленный остаток сплавляют с пиросернистым 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 алигвоте раствора приливают раствор ЭДТА  $\text{Na}_2$ , титруют избыток последнего раствором ацетата цинка, используя ксиленоловый оранжевый в качестве индикатора

#### 4. Реактивы

- 4 1 Хлороводородная кислота,  $\rho$  1 19 г/см<sup>3</sup>
- 4 2 Хлороводородная кислота, разбавленная 1 1
- 4 3 Хлороводородная кислота разбавленная 1 100
- 4 4 Азотная кислота,  $\rho$  1,40 г/см<sup>3</sup>
- 4 5 Фтороводородная кислота 40 % ный раствор
- 4 6 Хлорная кислота,  $\rho$  1,50 г/см<sup>3</sup>
- 4 7 Серная кислота,  $\rho$  1,84 г/см<sup>3</sup>, разбавленная 1 1
- 4 8 Раствор аммиака,  $\rho$  0,91 г/см<sup>3</sup>, разбавленный 1 1
- 4 9 Натрия гидроксид, 20 % -ный раствор
- 4 10 Натрия гидроксид, 1 % -ный раствор
- 4 11 Натрий пиросернистый (пиросульфат,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ )
- 4 12 Аммоний хлористый, 2 % -ный раствор, доведенный до рН 7—8 раствором аммиака
- 4 13 Фенолфталеин, индикатор 10 г/дм<sup>3</sup>, спиртовый раствор  
Растворяют 1 г индикатора в 100 см<sup>3</sup> 60 % ного этилового спирта
- 4 14 Натрий фтористый, 4 % -ный раствор Хранится в полиэтиленовой бутылке
- 4 15 Буферный раствор рН 5 5—5 9

Растворяют 500 г аммония уксуснокислого в 1000 см<sup>3</sup> воды принают 30 см<sup>3</sup> уксусной кислоты ( $\rho$  1 0549 г/см<sup>3</sup>) и перемешивают. Замеряют рН на рН метре и подгоняют, добавляя гидроксид натрия (п 4 10) или уксусную кислоту.

4 16 Ксиленоловый оранжевый индикатор, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>

4 17 Двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты стандартный раствор  $c(\text{ЭДТА Na}_2) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>. Растворяют 18,6 г ЭДТА Na<sub>2</sub> в 200—250 см<sup>3</sup> воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с одной меткой, доливают водой до метки и перемешивают.

4 18 Цинк уксуснокислый, стандартный раствор

$C_{Zn} = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>. Растворяют 3,2630 г цинка (99,99 %) в 50 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (п 4 2), приливают несколько капель азотной кислоты (п 4 4) и выпаривают раствор почти досуха. Приливают 200 см<sup>3</sup> воды, раствор перемешивают, нагревают до растворения солей и охлаждают, приливают 25 см<sup>3</sup> буферного раствора (п 4 15), раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с одной меткой, доливают до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> этого раствора соответствует 0,001349 г алюминия. Хранят в полиэтиленовой бутылке.

## 5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование

5 1 рН 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 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (п 4 6) и 5 см<sup>3</sup> 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 хрома. Хром при этом восстановится до трехвалентного. Вновь накрывают стакан часовым стеклом и нагревают раствор до полного окисления хрома. Повторяют отгонку хлористого хрома, чтобы полностью разложить пробу. Охлаждают раствор, приливают 50 см<sup>3</sup> горячей воды, осторожно нагревают для растворения солей, затем нагревают почти до кипения. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством беззолной 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 см<sup>3</sup> и сохраняют в качестве основного раствора.

7 2 Обработка осадка

Осадок, полученный по п 7 1 вместе с фильтром переносят в платиновый тигель, высушивают, озолотят фильтр и прокаливают при температуре 800—900 °С. Тигель охлаждают, осадок увлажняют 3—5 каплями серной кислоты (п 4 7), приливают 5 см<sup>3</sup> 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 пирросернокислого натрия (п 4 11).

Плав выщелачивают при нагревании 30 см<sup>3</sup> горячей воды Приливают 5—10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (п 46) и раствор выпаривают до появления густых белых паров хлорной кислоты Удаляют остаточный хром отгонкой в виде хлористого хрома (см п 71) Раствор охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> горячей воды для растворения солей Полученный раствор присоединяют к основному раствору

### 73 Отделение алюминия

Полученный по п 72 раствор доливают до 200 см<sup>3</sup> водой Устанавливают рН раствора в пределах 3—4 раствором аммиака (п 48) (контроль по индикаторной бумаге) и раствор нагревают до кипения По каплям приливают раствор аммиака (п 48) до рН 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 412).

Осадок на фильтре растворяют 20 см<sup>3</sup> горячей хлороводородной кислоты (п 42), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение Промывают фильтр 7—8 раз горячей хлороводородной кислотой (п 43)

Раствор выпаривают до объема 50—100 см<sup>3</sup> Устанавливают рН в пределах 5—6 (контроль по индикаторной бумаге), приливая раствор гидроксида натрия (п. 4.9), а затем его избыток 30 см<sup>3\*</sup> 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 410) Фильтрат собирают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и сохраняют

Осадок на фильтре растворяют 20 см<sup>3</sup> горячей хлороводородной кислотой (п 42), собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение Фильтр промывают 7—8 раз горячей хлороводородной кислотой (п 43) Раствор выпаривают до объема 50—100 см<sup>3</sup> Приливают раствор гидроксида натрия (п 4.9) до рН 5,0—6,0 (контроль по индикаторной бумаге) и дают избыток 10 см<sup>3</sup> 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 410) Полученный фильтрат присоединяют к основному раствору и подкисляют раствор добавлением хлороводородной кислоты (п 43) Раствор выпаривают до объема 50—100 см<sup>3</sup>, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> с одной меткой, доливают водой до метки и перемешивают

### 74 Титрование

Берут аликвоту раствора до 200 см<sup>3</sup> при массовой доле алюминия от 1 до 7,5 %, 100 см<sup>3</sup> — при массовой доле алюминия от 7,5 до 15 % или 50 см<sup>3</sup> — при массовой доле алюминия от 15 до 20 %. Приливают 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> буферного раствора (п 4.15) и раствор кипятят в течение 3—4 мин Раствор охлаждают Избыток ЭДТА Na<sub>2</sub> 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 рН в пределах 5,2—5,9 используя рН-метр, приливают 40 см<sup>3</sup> 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),  $cm^3$ ,

$V_2$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта,  $cm^3$ ,

0,001349 — массовая концентрация раствора уксуснокислого цинка в  $г/см^3$  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 при ведены 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

Приложение «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	22
ГОСТ 83—79	22, 32
ГОСТ 3117—78	22
ГОСТ 3118—77	22, 32
ГОСТ 3640—79	22
ГОСТ 4204—77	22 32
ГОСТ 4234—77	22 32
ГОСТ 4328—77	22
ГОСТ 4461—77	22 32
ГОСТ 5457—75	32
ГОСТ 6563—75	22 32
ГОСТ 10484—78	22 32
ГОСТ 10652—73	22
ГОСТ 11069—74	32
ГОСТ 14261—77	22 32
ГОСТ 14262—78	22 32
ГОСТ 15848 0—90	1 приложение