

**Изменение № 1 ГОСТ 23581.17—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения окиси алюминия**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3720 срок введения установлен**

**с 01.05.87**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Вводная часть. Второй абзац дополнить словами: «в части раздела 4 и частично в части раздела 3».

Раздел 2. Вводную часть дополнить абзацем (после четвертого): «Соотношение алюминия и ванадия не должно превышать 1:5».

Пункт 2.1.1. Девятый абзац. Заменить значение: 99,95 на 99,9;

дополнить абзацами (после девятого):

«железа окись по ГОСТ 4373—77;

железо карбонильное (99,99 %);

никель двуххлористый, 6-водный, по ГОСТ 4038—79, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>»;

десятый абзац после значения 1:1 дополнить значением: 1:5;

тринадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 4815—76»;

двадцатый абзац изложить в новой редакции: «железо хлорное, раствор: 14,3 г окиси железа растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают или 10 г карбонильного железа растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют азотной кислотой, приливая ее по каплям до прекращения вспенивания раствора и выпаривают раствор досуха. Затем прибавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают»;

двадцать первый абзац. Заменить слова: «Раствор пригоден в течение нескольких недель. Если при хранении образуется осадок, раствор фильтруют через плотный фильтр» на «Раствор можно использовать в течение нескольких дней, если он остается прозрачным»;

двадцать четвертый абзац после слов «до удаления окислов азота» дополнить словами: «Для ускорения растворения алюминия в соляной кислоте разложение ведут в присутствии платиновой спирали, которую перед окислением извлекают из раствора, или в присутствии 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля, как катализатора».

Пункт 2.2.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

**Таблица 1**

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г	Аликвота раствора, см <sup>3</sup>	Масса окиси алюминия в аликвоте, мг
От 0,1 до 0,5	0,25	10	0,01—0,05
Св. 0,5 » 2,5	0,1	10	0,02—0,1
» 2,5 » 10	0,1	5	0,05—0,2

Пункт 2.2.2. Первый абзац. Заменить значение и слова: 2 г на 2—2,5 г, «содержащий 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:7 и нагретой до 60—70°» на «приливают 60 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:5»;

второй абзац. Заменить значение: 12 см<sup>3</sup> на 10 см<sup>3</sup>;

третий абзац изложить в новой редакции: «Для определения окиси алюминия можно использовать раствор, полученный по п. 2.2.3 ГОСТ 23581.15—81 (после выделения двуокси кремния), подобрав соответствующее разбавление и аликвоту, или раствор, полученный по п. 4.2.1. ГОСТ 23581.15—81».

Пункт 2.2.3. Второй абзац. Заменить слова: «Для установления pH-среды прибавляют 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроксида натрия (45 г/дм<sup>3</sup>) до изменения окраски индикатора» на «Стенки колбы обмы-

(Продолжение см. с. 48)

вают водой и прибавляют по каплям раствор гидроокиси натрия (45 г/дм<sup>3</sup>) до появления бурой окраски».

Пункт 2.2.4. Заменить слова: «и дают 50 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия (200 г/дм<sup>3</sup>) в избыток, хорошо перемешивают, нагревают до кипения и кипятят в течение 2 мин» на «которую растворяют прибавлением по каплям соляной кислоты, разбавленной 1:1, и с избытком 1 см<sup>3</sup>. Полученный раствор осторожно при перемешивании вливают в колбу, содержащую 50 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроокиси натрия (200 г/дм<sup>3</sup>) (при определении менее 1 % окиси алюминия предпочтительно использование кварцевой посуды), нагревают до кипения и кипятят в течение 2 мин».

Пункт 2.2.6. Второй абзац дополнить словами: «или методом сравнения».

Пункт 2.2.7. Заменить значения: «от 0,1 до 1 %» на «от 0,1 до 2,5 %»; после значения 6,5 дополнить значением: 13; после значения 1,3 дополнить значением: 2,6; после слов «1—2 капли фенолфталеина» дополнить словами: «(при необходимости)».

Пункт 2.2.8. Первый абзац. Заменить значения: «от 1 до 10 %» на «от 2,5 до 10 %»;

заменить значения и слова: «по 2,5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и 1; 2; 4; 6; 8; 10 см<sup>3</sup>» на «по 5 см<sup>3</sup> хлорного железа и 2,5; 4; 6; 8; 10 см<sup>3</sup>»;

после слов «что соответствует» заменить значения: 1; 2 на 2,5;

второй абзац дополнить словами: «и раствора хлорного железа».

Пункт 2.2 дополнить пунктом — 2.2.9: «2.2.9. Для приготовления раствора сравнения в три стакана вместимостью 300—400 см<sup>3</sup> приливают по 60 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:5, по 2 г смеси для сплавления, раствор хлорного железа в соответствии с содержанием железа в пробе, стандартный раствор окиси алюминия А или Б в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию окиси алюминия, и проводят через стадии анализа аналогично определению в испытуемых пробах».

Пункт 2.3.1 после слов «(X) в процентах» дополнить словами: «при использовании градуировочного графика»;

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.3.1а (после п. 2.3.1):

«2.3.1а. Массовую долю окиси алюминия (X) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot D \cdot 100}{m \cdot D_1 \cdot 1000} \cdot K,$$

где  $m_1$  — масса окиси алюминия в растворе сравнения, мг;

$D$  — оптическая плотность анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

$D_1$  — оптическая плотность раствора сравнения, за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта;

$K$  — коэффициент пересчета массовой доли окиси алюминия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1».

Пункт 3.1.1. Четвертый абзац. Заменить значение: 99,95 на 99,9;

двадцать второй абзац после слов «до удаления окислов азота» дополнить словами: «Для ускорения растворения алюминия в соляной кислоте разложение ведут в присутствии платиновой спирали, которую перед окислением извлекают из раствора или в присутствии 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля, как катализаторов»;

двадцать четвертый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—64»

Пункт 3.3.1. Формула и экспликация. Заменить обозначение:  $V_1$  на  $V_2$ .

Раздел 4. Вводную часть изложить в новой редакции:

«Метод основан на измерении атомного поглощения алюминия при длине волны 309,3 нм. Для атомизации раствора используют пламя закиси азота — ацетилен».

Пункт 4.1.1 дополнить абзацем (после шестнадцатого): «водорода перекись по ГОСТ 10929—76»;

(Продолжение см. с. 49)

девятнадцатый абзац после слов «в присутствии платиновой спирали» дополнить словами: «которую перед окислением извлекают из раствора».

Пункт 4.2.1 дополнить абзацем: «При наличии в руде, концентрате, агломерате или окатыше марганца (плав окрашен в зеленый цвет) во избежание порчи платинового тигля плав выщелачивают в 50—60 см<sup>3</sup> воды, извлекают тигель и обмывают его водой. К раствору прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1—2 капли перекиси водорода и нагревают до кипения для разрушения избытка перекиси водорода».

Пункт 4.2.6 дополнить абзацем: «При использовании для определения окиси алюминия растворов, подготовленных для определения окиси кальция и окиси магния по п. 4.2.3.1 ГОСТ 23581.16—81, необходимо подобрать соответствующую аликвоту и выравнять кислотность испытуемых растворов и растворов градуировочного графика».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.2.8: «4.2.8. Допускается проведение определения по методу сравнения. Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают стандартный раствор алюминия А или Б в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию окиси алюминия, приливают по 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия, по 10 см<sup>3</sup> раствора желе-

(Продолжение см. с. 50)

за. доливают водой до метки и перемешивают. Растворы фотометрируют в соответствии с п. 4.2.4.

Пункт 4.3.1 после слов «в процентах» дополнить словами: «при использовании градуировочного графика».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3.1а (после п. 4.3.1):

«4.3.1а. Массовую долю окиси алюминия ( $X_2$ ) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1 \cdot 1000} \cdot K,$$

где  $m_1$  — масса окиси алюминия в растворе сравнения, мг;

$A$  — значение абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

$m$  — масса навески, соответствующего аликвоте анализируемого раствора, г;

$A_1$  — значение абсорбции раствора сравнения за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

$K$  — коэффициент пересчета массовой доли окиси алюминия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1».

(ИУС № 2 1987 г.)