

ГОСТ 14048.14—80

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ**Метод определения оксида алюминия**Zinc concentrates. Method for the determination of
aluminium oxide**ГОСТ
14048.14—80*****Взамен
ГОСТ 14048.14—71**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена
01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения оксида алюминия от 0,2 до 5%.

Метод основан на образовании внутрикомплексного соединения алюминия со стильбазо или хромазуолом С в слабоуксуснокислой среде и измерении оптической плотности раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по методикам настоящего стандарта и ГОСТ 14048.11—80, или аттестованной методике, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, гидроксид и пероксид натрия. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;

- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88, контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Электродуховка муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 900 °С.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый.

Тигли железные штампованные или точеные, не содержащие хрома.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 0,5 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 4.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР № 20, статья 6, раствор 5 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Натрия пероксид.

Ализариновый красный с (S), 0,1 %-ный раствор.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77 и раствор 200 г/дм³.

Хромазуrol С, 0,1%-ный раствор.

Стильбазо, 0,06%-ный раствор.

Ацетатный буферный раствор с рН 5,5; готовят следующим образом: 2,3 см³ уксусной кислоты и 29,5 г уксуснокислого натрия растворяют в 2 дм³ воды (проверяют с помощью рН-метра).

Алюминий по ГОСТ 11069—74 марки не ниже А 95.

Стандартные растворы алюминия:

раствор А; готовят следующим образом: навеску металлического алюминия (поверхность алюминия должна быть блестящей, неокисленной) массой 0,529 г растворяют при нагревании в 20—30 см³ соляной кислоты, добавляя время от времени соляную кислоту, по несколько капель азотной кислоты до полного растворения навески. Затем раствор выпаривают досуха, приливают 30—40 см³ воды, 15 см³ соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг оксида алюминия;

раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А помещают в железный тигель, приливают 1 см³ раствора гидроксида натрия и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 2 г пероксида натрия, 1 г гидроксида натрия, тщательно перемешивают, сплавляют в муфельной печи при 700—750 °С до получения однородного плава (не переплавлять!) и далее поступают, как указано в п. 3.1. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг оксида алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для разложения пробы навеску цинкового концентрата массой 0,2000 г (при массовой доле оксида алюминия от 0,2 до 1,5 %) или 0,1000 г (при массовой доле от 1,2 до 5 %) помещают в железный тигель, прибавляют 2 г пероксида натрия и 1 г гидроксида натрия, тщательно перемешивают, сплавляют в муфельной печи при 700—750 °С до получения однородного плава (не переплавлять!). Тигель сначала ставят на край муфеля для удаления влаги из реактивов, затем продвигают в горячую зону. После полного расплавления содержимого тигля его осторожно охлаждают, погружая на 3/4 высоты в холодную воду. Тигель с застывшим плавом помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 60—80 см³ воды, закрывают стакан часовым стеклом и плав выщелачивают. По окончании выщелачивания тигель вынимают щипцами или стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают водой. Содержимое стакана переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, куда предварительно налито 200—300 см³ воды, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Фильтрат должен быть бесцветным, в противном случае сплавление пробы повторяют.

3.2. При определении содержания оксида алюминия со стильбазо аликвотную часть фильтрата, содержащую 5—30 мкг оксида алюминия, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают раствор 0,5 моль/дм³ серной кислоты до рН 5,5.

Необходимое количество серной кислоты устанавливают следующим образом: в отдельную колбу помещают аликвотную часть раствора 5 см³, прибавляют одну каплю раствора ализаринового красного и титруют 0,5 моль/дм³ серной кислоты до перехода окраски из фиолетовой в красную. Количество серной кислоты, установленное титрованием, приливают к аликвотной части исследуемого раствора. Затем прибавляют 0,2 см³ раствора аскорбиновой кислоты для восстановления следов железа и меди, перешедших в раствор, разбавляют буферным раствором примерно до 25 см³, приливают 5 см³ раствора стильбазо, доливают ацетатным буферным раствором до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм в кювете 20 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности является раствор контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

3.1—3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 50 см³ отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ отфильтрованного стандартного раствора Б, что соответствует 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 и 0,060 мг оксида алюминия. Приливают во все колбы 0,5 моль/дм³ серной кислоты до рН 5,5, количество которой устанавливают титрованием отдельной аликвотной части. Далее поступают, как указано в п. 3.2.

3.4. При определении содержания оксида алюминия с хромазуолом С аликвотную часть филтраты, содержащую 5—25 мкг оксида алюминия, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой примерно до 30 см³ и нейтрализуют раствором соляной кислоты до рН 2,0—2,5 (по универсальной индикаторной бумаге), приливают 0,2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 2 см³ раствора хромазуола С, 30 см³ буферного раствора и хорошо перемешивают. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя раствора 10 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности является раствор контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

3.5. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают пипеткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ отфильтрованного стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 и 0,025 мг оксида алюминия. Разбавляют водой примерно до 30 см³ и нейтрализуют раствором соляной кислоты до рН 2,0—2,5. Далее поступают, как указано в п. 3.4.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

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

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

| Массовая доля оксида алюминия, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|----------------------------------|---|--|
| От 0,20 до 0,60 включ. | 0,07 | 0,09 |
| Св. 0,60 » 2,0 » | 0,2 | 0,3 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,4 | 0,6 |

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *В.Н. Котысова*
 Технический редактор *Н.С. Гришанова*
 Корректор *Р.А. Ментова*
 Компьютерная верстка *Е.Н. Мартмяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40.
 Тираж 121 экз. С2659. Зак. 1016.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
 ПЛР № 040138