

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Методы определения окиси алюминия

Titanomagnetite ores, ironvanadium  
concentrates, agglomerates and pellets.

Methods for determination  
of aluminium oxide

ГОСТ 18262.6—88

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения окиси алюминия при массовой доле от 1 до 15 %.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

**2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод основан на образовании комплекса алюминия с трилоном Б, с последующим титрованием избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого при pH 5,5—5,8.

Алюминий отделяют от мешающих компонентов (Fe, Ti) сплавлением навески с перекисью натрия и выщелачиванием плава в воде. Влияние ванадия устраняют перекисью водорода, которую вводят в раствор перед титрованием.

**2.1. Аппаратура и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 800 °C.

Тигли железные.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069 (не менее 99,9 %).

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрия перекись.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Буферный раствор: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды, приливают 30 см<sup>3</sup> тедянной уксусной кислоты и перемешивают (рН=5,7—5,8).

Соль динатриевая этилендиамин — N,N,N',N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 9,3 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору алюминия, проведенному через стадию анализа. Для этого в железном тигле сплавляют 6 г перекиси натрия в соответствии с п. 2.2.2. После выщелачивания плава в воде в раствор приливают 10—15 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, кипятят в течение 10—15 мин и далее продолжают анализ в соответствии с пп. 2.2.2 и 2.2.3.

Массовую концентрацию (C) раствора трилона Б в граммах окиси алюминия на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_1}{V \cdot V_1 K},$$

где  $m_1$  — масса окиси алюминия в аликовете стандартного раствора, г;

$V$  — объем раствора трилона Б, взятый для определения массовой концентрации, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент, определяющий соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка по п. 2.2.5.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Никель двуххlorистый 6-водный по ГОСТ 4038, раствор массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, приливают 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Стандартный раствор алюминия: 1,0584 г алюминия растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют несколько капель азотной кислоты до прекращения всепенивания раствора и кипятят до удаления окислов азота. Для ускорения растворения

алюминия в соляной кислоте разложение ведут в присутствии платиновой спиралью, которую перед окислением извлекают из раствора, или в присутствии 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля. Охлажденный раствор 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 окиси алюминия.

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

Фенолфталеин, индикатор по нормативно-технической документации, спиртовой раствор массовой концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески и аликвота анализируемого раствора в зависимости от массовой доли окиси алюминия указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г	Аликвота, см <sup>3</sup>
1—3	1,0	100
3—5	0,5	100
5—15	0,5	50

2.2.2. Навеску помещают в железный тигель, прибавляют 4—6 г перекиси натрия и сплавляют в муфельной печи при 750—800 °C до получения однородного плава. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и выщелачивают плав в 150 см<sup>3</sup> воды. Раствор кипятят в течение 15—20 мин для разложения перекиси водорода и разрушения пероксидного комплекса титана, который после этого полностью переходит в осадок. Тигель вынимают, обмывают водой, раствор охлаждают вместе с осадком и переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.2.3. Аликвоту раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора трилон-Б, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, по индикатору фенолфталеину до обесцвечивания раствора, прибавляют 15 см<sup>3</sup> буферного раствора и кипятят в течение 3—4 мин. Раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> перекиси водорода и выдерживают раствор в течение 10 мин.

Титруют избыток трилона-Б раствором уксусно-кислого цинка в присутствии 30—40 мг ксиленолового оранжевого до перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

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

2.2.5. Для определения соотношения между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка с учетом контрольного опыта в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают аликвоту раствора контрольного опыта, равную аликвоте раствора пробы. При необходимости раствор разбавляют водой примерно до 100 см<sup>3</sup>, приливают из бюретки 20 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, в присутствии фенолфталеина и продолжают определение в соответствии с п. 2.2.3.

Коэффициент ( $K$ ), определяющий соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка, вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем раствора трилона Б, взятый для определения коэффициента  $K$ , см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 2.3. Обработка результатов

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

$$X_{Al_2O_3} = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot C \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, взятый для связывания алюминия, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент, определяющий соотношение между объемами растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

$C$  — массовая концентрация раствора трилона Б по окиси алюминия, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески высущенной пробы в объеме раствора, используемого для титрования, г.

2.3.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1 до 2 включ	0,1
Св. 2 » 5 »	0,2
» 5 » 10 »	0,3
» 10 » 15 »	0,4