

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

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

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 кислородного 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°C.

pH-метр, пономер.

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/см³.

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/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 (гидроксид натрия), раствор с массовой концентрацией 200 и 10 г/дм³ (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 дм³ воды, приливают 30 см³ уксусной кислоты и перемешивают. Измеряют рН на рН-метре и доводят до нужного значения, приливая раствор гидроксида натрия (10 г/дм³) или уксусную кислоту.

Фенолфталеин (индикатор). Спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

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 $c(1/2 \text{ ЭДТА}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, 18,6 г соли растворяют при нагревании в 200–250 см³ воды. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, доливают до 1 дм³ водой и перемешивают.

Цинк по ГОСТ 3640.

Стандартный раствор цинка с молярной концентрацией эквивалента $c(1/2 \text{ Zn}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$: 3,2690 г металлического цинка растворяют в 30 см³ соляной кислоты (1:1), приливают 3–4 капли азотной кислоты и раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Приливают 200 см³ воды, раствор перемешивают, нагревают до растворения солей и охлаждают. К раствору приливают 25 см³ буферного раствора, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора цинка соответствует 0,002549 г оксида алюминия.

Для установления соотношения между объемами растворов цинка и трилона Б в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают аликвотную часть раствора контрольного опыта, равную аликвоте раствора пробы, полученного по п. 2.2, приливают 20 см³

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 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 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 (рН 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, переливая 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 киселевского 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

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{(V_2 - K - V_3) \cdot 0,002549 \cdot 100}{m},$$

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

K — соотношение между объемами растворов цинка и трилона Б;