**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ**

**И СЕРТИФИКАЦИИ**

**(МГС)**

**INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY**

**AND CERTIFICATION**

**(ISC)**

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й ГОСТ**

**С Т А Н Д А Р Т 23201.3-2021**

**ГЛИНОЗЕМ**

**Методы разложения пробы и приготовления растворов**

**Не применяется до официального утверждения**

**Москва**

**Российский институт стандартизации**

**2021**

# Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН АО «РУСАЛ Менеджмент», Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия» (Алюминиевая Ассоциация).

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий».

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от №

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 ВЗАМЕН ГОСТ 23201.3-94

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)*

 © Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

**Содержание**

1 Область применения ……………………………………………………………………1

2 Нормативные ссылки ……………………………………………………………………1

3 Термины и определения ………………………………2

4 Методы разложения пробы сплавлением..……………………………..…………….2

5 Метод разложения пробы кислотами под давлением….………..…………………6

6 Приготовление раствора для анализа методом обработки соляной кислотой под давлением...………………………………………..…………………………………………7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**Глинозем.**

**Методы разложения пробы и приготовления растворов**

Alumina. Methods for the decomposition of test sample

and the preparation of test solution

 **Дата введения – – –**

# 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает методы приготовления раствора пробы разложением пробы сплавлением или кислотами под давлением, а также метод обработки соляной кислотой под давлением.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709[[1]](#footnote-1) Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 25389 Глинозем. Методы подготовки проб

ГОСТ 24104[[2]](#footnote-2) Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

П р и м е ч а н и е - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

# 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **проба** - часть средней пробы, предназначенная для подготовки материала перед выделением навесок для определения его показателей качества.

3.2 **навеска** - взвешенный образец материала, взятый для анализа.

3.3 **плав** - однородный твердый материал, полученный путем сплавления смеси веществ.

**4 Методы разложения пробы сплавлением**

**4.1 Метод разложения проб глинозема для определения содержания примесей фотометрическим и атомно-абсорбционным методом**

4.1.1 Метод основан на сплавлении пробы со смесью углекислого натрия и борной кислоты или углекислого натрия и тетраборнокислого натрия и последующем выщелачивании плава водой или растворами азотной или серной кислоты. рН раствора должен быть равен 1 при разбавлении до объема 500 см3 или 0,4 - до объема 250 см3.

4.1.2 Реактивы и аппаратура

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 4 моль/дм3.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при 400 °С.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Лантан хлористый кристаллический (LaCl3•7H2O).

Стандартное лабораторное оборудование:

Чашка или тигель из платины по ГОСТ 6563.

Щипцы из нержавеющей стали с платиновыми наконечниками

Посуда мерная по ГОСТ 1770

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ 24104, с дискретностью 0,0001 г, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Электрическая печь с температурой (500±50) °С.

Электрическая печь с регулятором температуры, обеспечивающая температуру нагрева (1100±10) °С.

Примечания

1 Допускается использование средств измерения, оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2. Все реактивы должны иметь квалификацию «х.ч.» или «ч.д.а.».

4.1.3 Проведение анализа

4.1.3.1 В платиновую чашку или тигель помещают 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборнокислого натрия и перемешивают. Добавляют 5 г пробы и вновь тщательно перемешивают.

Помещают в печь с температурой (500±50) °С. Выдерживают при этой температуре до прекращения бурной реакции. Затем температуру постепенно повышают до 1100 °С и выдерживают при этой температуре в течение 20-30 мин до получения гомогенного подвижного плава. Чашку или тигель вынимают из печи и охлаждают.

4.1.3.2 Если раствор пробы используют для фотометрического определения диоксида кремния, фосфорно-вольфраматно-фотометрического определения оксида ванадия, атомно-абсорбционного или фотометрического определения оксида железа (III) и оксида цинка или атомно-абсорбционного определения оксида марганца, оксида хрома (III) и оксида кальция, то плав выщелачивают горячей водой и переносят раствор в стакан вместимостью 400 см3, содержащий 50 см3 раствора азотной кислоты. В чашку или тигель помещают 35 см3 раствора азотной кислоты, нагревают до растворения остатка и переносят раствор в тот же стакан, обмывая чашку или тигель водой.

Раствор нагревают и выдерживают при температуре, близкой к точке кипения, до полного растворения гидроксида алюминия. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. (В случае приготовления раствора для определения оксида кальция, перед доведением объема раствора до метки добавляют 0,7 г хлористого лантана).

При помутнении раствора, что указывает на неполное разложение, разложение следует повторить на новой навеске глинозема, которую измельчают до частиц размером 0,05 мм.

4.1.3.3 Если раствор пробы используют для фотометрического определения оксида железа (III), диоксида титана, оксида фосфора, оксида хрома (III), а также оксида ванадия (V) с N-бензоил-N-фенилгидроксиламином или полярографического определения оксида цинка, то плав выщелачивают горячей водой и переносят раствор в стакан вместимостью 400 см3, содержащей 50 см3 раствора серной кислоты.

В чашку или тигель помещают 35 см3 раствора серной кислоты, нагревают до растворения остатка, переносят раствор в тот же стакан и далее поступают согласно п. 4.1.3.2.

4.1.3.4 Одновременно с приготовлением раствора пробы готовят раствор контрольного опыта следующим образом: в платиновую чашку или тигель помещают смесь углекислого натрия и борной кислоты или углекислого натрия и тетраборнокислого натрия в количестве согласно п. 4.1.3.1, расплавляют смесь при температуре 900 °С только до получения плава. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой при нагревании.

Если раствор пробы готовят согласно п. 4.1.3.2, то раствор плава переносят в стакан вместимостью 400 см3, содержащий 48 см3 раствора азотной кислоты.

В другую чашку или тигель помещают 37 см3 раствора азотной кислоты, осторожно выпаривают до объема 1-2 см3, затем остаток растворяют горячей водой и переносят в тот же стакан. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если раствор готовят согласно п.4.1.3.3, то раствор плава переносят в стакан вместимостью 400 см3, содержащий 48 см3 раствора серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Примечание – Допускается приготовление растворов проб другого объема при соблюдении пропорционального изменения количества используемых реактивов к навеске.

**4.2** **Метод разложения проб глинозема для определения содержания примесей атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой**

4.2.1 Метод основан на разложении пробы посредством сплавления со смесью карбоната лития и борной кислоты и последующем выщелачивании плава раствором азотной кислоты.

4.2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

4.2.2.1 Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности
по ГОСТ 24104, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Посуда мерная по ГОСТ 1770

4.2.2.2. Вспомогательные устройства

Система получения дистиллированной воды.

Электропечь лабораторная любого типа, обеспечивающая температуру нагрева

(1100±10) оС;

Чашки из платины по ГОСТ 6563.

Щипцы из нержавеющей стали с платиновыми наконечниками

Плитка электрическая лабораторная.

4.2.2.3 Реактивы, растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная в соотношении 1:1.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Литий карбонат по [1]

Примечания –

1 Допускается использование средств измерения, оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2. Все реактивы должны иметь квалификацию «х.ч.» или «ч.д.а.».

4.2.3 Подготовка проб для анализа производится в соответствии с ГОСТ 25389.

4.2.4 Навеску анализируемой пробы глинозёма массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 1,4 г лития карбоната, 3,1 г борной кислоты, тщательно перемешивают и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000 оС в течение 25 минут до получения гомогенного плава. После сплавления чашку охлаждают, приливают к плаву 25 см3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 20-30 см3 дистиллированной воды. Плав выщелачивают при нагревании до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.2.5 Приготовление раствора контрольного опыта

Одновременно с раствором пробы готовят раствор контрольного опыта.

В платиновую чашку помещают 1,4 г лития карбоната и 3,1 г борной кислоты, перемешивают, сплавляют в муфельной печи при температуре 1000 оС в течение 5 минут. После сплавления чашку охлаждают, приливают к плаву 25 см3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и 20-30 см3 дистиллированной воды. Плав выщелачивают при нагревании до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см3, доливают до метки дистиллированной водой, перемешивают.

**5 Метод разложения пробы кислотами под давлением**

Метод основан на разложении пробы смесью соляной и серной кислот в закрытом сосуде под давлением.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Бомба с завинчивающейся крышкой, изготовленная из кислотоустойчивой стали, внутренние размеры которой должны обеспечивать свободное вложение и извлечение тефлонового тигля.

Тигель тефлоновый с крышкой, высотой 50 мм, внешним диаметром не более
40 мм и внутренним диаметром не менее 30 мм.

Приспособление для закручивания и откручивания колпака бомбы.

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ 24104, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более
0,001 г.

Посуда мерная по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагревания до 250 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Смесь соляной и серной кислот в соотношении 10:1.

Вода, дважды дистиллированная в кварцевом аппарате.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 Навеску пробы массой 1 г помещают в тефлоновый тигель, добавляют 8 см3 смеси кислот, тигель накрывают крышкой и помещают внутрь бомбы, затем плотно прикручивают колпак бомбы. Бомбу помещают в сушильный шкаф с температурой 220 °С и оставляют в нем на 12 ч. Затем бомбу вынимают из шкафа, охлаждают, откручивают колпак, извлекают тефлоновый тигель и переносят раствор из тигля в мерную колбу вместимостью 50 см3 Тигель обмывают дважды дистиллированной водой в эту же колбу, затем доливают до метки дважды дистиллированной водой и перемешивают.

5.2.2 Раствор контрольного опыта готовят аналогичным методом, но без навески пробы.

5.2.3 Допускается применение микроволнового кислотного разложения проб для атомно-эмиссионного анализа.

**6 Приготовление раствора для анализа методом обработки соляной кислотой под давлением**

6.1 Метод применяется для растворения глинозема, используемого преимущественно для производства алюминия, при помощи обработки соляной кислотой под давлением в запаянной трубке из боросиликатного стекла с целью получения исследуемого раствора для некоторых определений.

Метод неприменим для приготовления исследуемых растворов для определения содержания кремния, натрия и бора из-за возможности извлечения этих элементов из стекла.

Примечание – соляную кислоту можно заменить другой подходящей кислотой. В этом случае эта кислота должна быть заявлена в методе испытания на примеси.

Сущность метода заключается в обработке исследуемого материала соляной кислотой под давлением в запаянной трубке из боросиликатного стекла, нагреваемой в электрической печи при контролируемых температурах 250 или 275 °С.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения, (I) специального класса точности по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 220 г, позволяющие производить взвешивание с погрешностью не более 0,001 г.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Реактивы, квалификации ч.д.а.

Дистиллированная вода или вода эквивалентного качества.

Соляная кислота плотностью 1,19 г/см3, 38%-ный раствор.

Трубки из боросиликатного стекла, имеющие толстые стенки (толщиной 2,4 мм) и внешний диаметр 16 мм.

Стержень из боросиликатного стекла диаметром около 4 мм.

Газовая горелка, питаемая смесью горючего газа и кислорода с соответствующими напорами.

Источники обычного горючего газа и кислорода.

Резец для стекла.

Защитные очки темные.

Воздуходувка с резиновой трубкой, связанная с газовой горелкой.

Карандаш для маркировки стекла, выдерживающий высокие температуры.

Держатель для трубок для удержания трубок в вертикальном положении или держатель для трубок для удержания трубок в наклонном положении под углом 30°.

Воронка диаметром приблизительно 40 мм с короткой трубкой.

Электрическая печь, способная поддерживать температуры (250±5) °С
и (275±5) °С.

Защитные стальные трубки внутренним диаметром 25 мм и длиной 260
или 310 мм согласно длинам используемых стеклянных трубок, указанных в настоящем пункте, имеющие резьбу для плотного завинчивания крышек на обоих концах. По длине защитной трубки через случайные интервалы должны быть просверлены отверстия диаметром 6-8 мм. Эта трубка необходима, чтобы защитить внутреннее оборудование печи и соседние трубки в случае, если реакция приведет к взрыву. Отверстия нужны для выхода газов в случае разрушения реакционной трубки и избежания роста давления внутри защитной трубки.

6.3 Проведение испытания

6.3.1 Испытуемый материал

Взвешивают навески от пробы глинозема, подготовленной по ГОСТ 25389 массой 0,001, 1 или 2 г, высушенного при 300 °С глинозема.

6.3.2 Обработка испытуемого материала

6.3.2.1 Подготовка трубок

От длинной стеклянной трубки отрезают отрезки длиной 250 мм для испытуемой навески глинозема массой 1 г и 300 мм для навески массой 2 г. Трубки очищают в очищающем растворе и промывают в дистиллированной воде, а затем сушат приблизительно при 125 °С и охлаждают. Один конец каждой трубки в пламени горелки запаивают и ему придают полусферическую форму. Необходимо избегать увеличения или уменьшения толщины трубки и отжигать их для снятия напряжений. Для отжига используют уменьшенное пламя (желтое пламя, получаемое уменьшением расхода кислорода без регулирования расхода газа), которым нагревают до тех пор, пока на трубке не отложится толстый слой сажи, после чего трубке позволяют остывать. Серию трубок можно также отжигать помещением их в печь при температуре приблизительно 550 °С и медленном снижении до 300 °С.

Приготовленные трубки маркируются карандашом (п. 6.2). С помощью воронки испытуемую порцию (п. 6.3.1) помещают в трубке.

К испытуемой порции массой 1 г добавляют точно 7,20 см раствора соляной кислоты (п. 6.2) и 2 см3 воды, а к порции массой 2 г - 14,40 см3 раствора соляной кислоты и 4 см воды. Две или три приготовленные в одинаковых условиях трубки запаивают. Для этого при помощи оборудования для выдувания стекла один конец стеклянной трубки присоединяют к отверстию в трубке при одновременном нагреве двух стеклянных частей до их размягчения, чтобы образовать соединение. После этого трубки оставляют до получения жесткого соединения.

Трубку нагревают в полном пламени у верхнего конца примерно в 10 мм от соединения (при непрерывном поворачивании трубки), пока ее стенки равномерно не размягчаются. Две части разделяют в пламени с минимальным усилием натяжения. После разделения нагревают конец трубки, чтобы избежать толстого выступающего соединения. Нельзя допускать перегрева или небольшого выпучивания, которое может быть вызвано ростом внутреннего давления газообразной атмосферы.

Отжигают второй запаянный конец в уменьшенном пламени, пока он не покроется сажей.

6.3.2.2 Растворение испытуемого материала

Запаянную трубку встряхивают до тех пор, пока испытываемая порция не смешивается полностью с кислотой. Запаянные трубки помещаются в защитные стальные трубки и на них навинчиваются крышки. Все устройство с использованием держателя трубок (п. 6.2) помещают в электрическую печь, в которой поддерживают температуру (250±5) °С и оставляют в ней на 16 ч.

После этого печи позволяют охлаждаться примерно до 50 °С, трубки осторожно извлекают и оставляют для охлаждения до комнатной температуры.

Примечание – Время реакции меняется в соответствии с типом глинозема и степенью его кальцинации.

Для глиноземов, кальцинированных при высоких температурах, температура реакции может быть поднята до (275±5) °С, но должны приниматься меры предосторожности, так как рост давления в результате увеличения температуры реакции может вызвать взрыв трубок.

6.3.2.3 Вскрытие трубки

Как только защитные трубки охладятся до комнатной температуры, их открывают и из них извлекают запаянные трубки. С концов трубок тщательно стирают сажу, их очищают очищающим раствором, промывают водой и сушат.

При помощи резца для стекла вокруг верхней части трубки прочерчивают линию, располагающуюся выше уровня жидкости. Для того, чтобы разломить трубку, эту линию смачивают водой и к ней прикасаются стеклянным стержнем (п. 6.2), нагретым до красного цвета.

6.3.2.4 Переливание раствора

Раствор из трубки переливают в химический стакан соответствующей вместимости (например 400 см3) с теплой водой и использованием "полисмена" для отделения всех солей, которые могут образовываться. Раствор нагревают для растворения солей и переливают в мерную колбу с одной меткой вместимостью, определяемой методом определения примеси.

6.4 Приготовление контрольного раствора

Контрольный раствор готовят по той же методике, которая определена в п.5.2, используя те же количества всех реактивов, которые использовались для растворения испытуемой порции.

УДК 669.2 ОКС 73.060.40 МКС 73.060

Ключевые слова: глинозем, разложение пробы, подготовка проб

Организация-разработчик

1. Акционерное общество «РУСАЛ Менеджмент»

Адрес: 121096, г. Москва, ул. Василисы Кожиной, д.1, этаж 2, помещение 24.

Е-mail: Aleksey.Chashchin@rusal.com

Руководитель разработки стандарта

Начальник отдела А.В.Чащин

должность                                                      личная подпись                             инициалы, фамилия

2. Ассоциация "Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия " (Алюминиевая Ассоциация).

Адрес: 123100,  г. Москва, Краснопресненская набережная, д.8.

Е-mail: info@aluminas.ru

Руководитель разработки стандарта

Сопредседатель Ассоциации И.С.Казовская

должность                                                      личная подпись                             инициалы, фамилия

Исполнитель:

|  |
| --- |
| Менеджер АО «Русал Менеджмент» В.А. Шубочкиндолжность                                                      личная подпись                             инициалы, фамилия |
|  |

1. Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144-2018 «Вода дистиллированная. Технические условия» [↑](#footnote-ref-1)
2. Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания» [↑](#footnote-ref-2)