|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСC)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(EASC)** | | | |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ**  **23201.3–202Х**  ***(окончательная редакция)*** |

**ГЛИНОЗЕМ**

**Методы разложения пробы и приготовления растворов**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**202\_ г**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

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

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 099 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 202 г.№ )

За принятие стандарта 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 о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным органам по стандартизации этих государств

**Содержание**

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

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

3 Термины и определения ………………………………

4 Общие требования к методам анализа

5 Методы разложения пробы сплавлением..……………………………..…………….

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

7 Метод обработки соляной кислотой под давлением...……………………………

|  |
| --- |
| **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: методами разложения сплавлением, методом разложения кислотами под давлением.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ 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 термины по ГОСТ 27798, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **навеска**: Взвешенный образец материала, взятый для анализа.

3.2 **плав**: Однородный твердый материал, полученный путем сплавления смеси веществ.

**4 Общие требования к методам анализа**

Отбор и подготовку проб для анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ 27798.

**5 Методы разложения пробы сплавлением**

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

5.1.1 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 кислот. рН раствора должен быть равен 1 при разбавлении до объема 500 см3 или 0,4 - до объема 250 см3.

5.1.2 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 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.».

5.1.3 Проведение анализа

5.1.3.1 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.

Чашку (тигель) помещают в печь с температурой (500±50) °С и выдерживают до прекращения бурной реакции. Затем температуру печи повышают до (1100±10) °С, после чего выдерживают чашку (тигель) с пробой при этой температуре в течение 20-30 мин до получения гомогенного подвижного плава. Затем чашку (тигель) вынимают из печи и охлаждают.

5.1.3.2 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 (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 до полного растворения гидроксида алюминия и получения прозрачного раствора. 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, повторяют процедуры, описанные в 4.1.3.1, 4.1.3.2, на новой навеске глинозема,, которую измельчают до частиц размером 0,05 мм.

5.1.3.3 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, содержащий 50 см3 раствора серной кислоты.

В чашку (тигель) помещают 35 см3 раствора серной кислоты, нагревают до растворения остатка, переносят раствор в тот же стакан и далее поступают согласно п. 5.1.3.2.

5.1.3.4 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 5.1.3.1;

- расплавляют смесь при температуре 900 °С только до получения плава;

- после охлаждения плав выщелачивают горячей водой при нагревании.

Если раствор пробы готовят согласно 5.1.3.2, 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 и, обмывая чашку (тигель) горячей водой, переносят содержимое чашки (тигля) в тот же стакан. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если раствор готовят согласно 5.1.3.3, 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.

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

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

5.2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.2.2.1 Средства измерений

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

Посуда мерная по ГОСТ 1770

5.2.2.2. 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.

5.2.2.3 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.».

5.2.3 Навеску анализируемой пробы глинозема 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.

5.2.4 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.

**6 Метод разложения пробы кислотами под давлением**

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

**6.1 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 проводить 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.

**6.2 Проведение анализа**

6.2.1 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 и переносят в эту же колбу, затем доливают до метки дважды дистиллированной водой и перемешивают.

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

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

УДК 669.712.001.4:006.354 МКС 71.100.10;

Ключевые слова: глинозем, разложение пробы, подготовка проб

Организация-разработчик

|  |
| --- |
| Ассоциация "Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия " (Алюминиевая Ассоциация).  Адрес: 123100,  г. Москва, Краснопресненская набережная, д.8.  Е-mail: [info@aluminas.ru](mailto:info@aluminas.ru)  Руководитель разработки стандарта  Сопредседатель Ассоциации И.С.Казовская  должность                                                      личная подпись                             инициалы, фамилия |
| Акционерное общество «РУСАЛ Менеджмент»  Адрес: 121096, г. Москва, ул. Василисы Кожиной, д.1, этаж 2, помещение 24.  Е-mail: [Vasiliy.Shubochkin@rusal.com](mailto:Aleksey.Chashchin@rusal.com)  Исполнитель  Менеджер АО «Русал  Менеджмент» В.А. Шубочкин  должность                                                      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)