

ГОСТ 11841-76

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
РЕАКТИВЫ
АЛЮМИНИЯ ГИДРООКИСЬ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
REAGENTS. ALUMINIUM HYDROXIDE. SPECIFICATIONS

ОКП 26 1149 0010 05

Дата введения 1978-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ: В.Г.Брудзь, Г.В.Грязнов, И.Л.Ротенберг, З.М.Ривина, Л.В.Кидиярова, З.А.Жукова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14.12.76 N 2746

3. СРОК ПРОВЕРКИ - 1996 г. Периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 11841-66

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005-88	6.1
ГОСТ 83-79	3.5.1
ГОСТ 84-76	3.5.1
ГОСТ 3118-77	3.3.1
ГОСТ 3773-72	3.5.1
ГОСТ 3885-73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4160-74	3.5.1
ГОСТ 4204-77	3.2.1, 3.4.1
ГОСТ 4212-76	3.5.1

ГОСТ 6709-72	3.5.1
ГОСТ 9147-80	3.3.1
ГОСТ 10398-76	3.2.2
ГОСТ 10671.5-74	3.3.2
ГОСТ 10671.7-74	3.4.2
ГОСТ 18300-87	3.5.1
ГОСТ 19627-74	3.5.1
ГОСТ 29169-91	3.5.1
ГОСТ 23463-79	3.5.1
ГОСТ 25664-83	3.5.1
ГОСТ 26726-85	3.6
ГОСТ 27025-86	3.1a
ГОСТ 27068-86	3.5.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 12.12.91 N 1938

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1995 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в июле 1982 г. и декабре 1991 г. (ИУС 11-82, 3-92)

Настоящий стандарт распространяется на гидроокись алюминия, представляющую собой белый порошок, нерастворимый в воде.

Формула $Al(OH)_3$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) - 78,00.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Гидроокись алюминия должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

1.1 По физико-химическим показателям гидроокись алюминия должна соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1149 0012 03	Чистый (ч.) ОКП 26 1149 0011 04
1. Массовая доля гидроокиси алюминия [Al(OH) ₃], %, не менее	98	97,5
2. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,005	0,050
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,005
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,005	0,005
5. Массовая доля кремнекислоты (SiO ₂), %, не более	0,05	0,25
6. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция и магния (K+Na+Ca+Mg), %, не более	0,2	0,5
7. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,002	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2)

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Приемку производят по ГОСТ 3885-73.

2.2. Массовую долю кремнекислоты, сумму калия, натрия, кальция, магния (K+Na+Ca+Mg) и свинца изготовитель определяет периодически в каждой 15-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025-86.

При проведении взвешиваний применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛЭ-200 г или ВЛКТ-500 г-М.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 2)

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 60 г.

3.2. Определение массовой доли гидроокиси алюминия

3.2.1. Подготовка к анализу

Около 0,5000 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, смачивают 1-2 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора серной кислоты (ГОСТ 4204-77), разбавленной 1:1, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают на электрической плитке до полного растворения препарата. После охлаждения раствор количественно переносят в

мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

20 см³ полученного раствора помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10% до начала выпадения осадка, прибавляют по каплям раствор серной кислоты, разбавленной 1:4, до растворения осадка, доводят объем раствора водой до 50 см³

3.1; 3.2.1 (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.2.2. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10398-76.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2)

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю гидроокиси алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0039 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 20},$$

V - объем раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, прибавляемый к анализируемому раствору, м³;

V_1 - объем раствора 7-водного сернокислого цинка концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на обратное титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,0039 - масса гидроокиси алюминия, соответствующая 1 см³ раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, г.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольное титрование применяемого количества буферного раствора и при необходимости в результат анализа вносят поправку.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм.

N 2).

3.3. Определение массовой доли сульфатов

3.3.1. Подготовка к анализу

1,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 см³ с обратным холодильником (со шлифом), смачивают 2-3 см³ воды, прибавляют пипеткой 5 см³ концентрированной соляной кислоты и кипятят на электрической плитке, накрытой асбестом, до полного растворения препарата (3-4 ч). Холодильник промывают водой, раствор и промывные

воды переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячей водой.

20 см³ полученного раствора (соответствуют 0,4 препарата) для квалификации чистый для анализа или 5 см³ раствора (соответствуют 0,1 г препарата) для квалификации чистый помещают пипеткой в выпарительную чашку N 2 (ГОСТ 9147-80) и выпаривают досуха сначала на водяной бане, затем осторожно на электрической плитке, накрытой

асбестом, при температуре не выше 180 °С. Остаток обрабатывают 2-3 см³ воды и снова упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячей водой.

Чашку смывают 2-4 см³ воды, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 50

см³.

3.3.2. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74, визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляют 6 см³ раствора хлористого бария с массовой долей 20% вместо 3 см³ и не прибавляя раствор соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа - 0,02 мг SO₄,

для препарата чистый - 0,05 мг SO₄,

1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3 см³ раствора крахмала и 6 см³ раствора хлористого бария с массовой долей 20%.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.4. Определение массовой доли хлоридов

3.4.1. Подготовка к анализу

1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ с обратным холодильником (на шлифах), прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4 (ГОСТ 4204-77) и кипятят на электрической плитке, накрытой асбестом, до полного растворения препарата. Холодильник промывают водой, раствор и промывные воды переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

25 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³).

(Измененная редакция, Изм. N 2

)

3.4.2. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74 визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг Cl,

для препарата чистый - 0,025 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

3.5. Определение массовой доли кремнекислоты, железа, кальция, магния и свинца.

(Измененная редакция, Изм. N 1)

3.5.1. Применяемые аппаратура, реактивы и растворы:

спектрограф кварцевый ИСП-30 или ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

спектропроектор ПС-18;

генератор дуги переменного тока ДГ-2;

микрофотометр МФ-2 или МФ-4;

лампа инфракрасная;

выпрямитель кремневый, селеновый или ртутный;

угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. 7-3 (электроды угольные), диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус, нижний - с цилиндрическим каналом диаметром 3 мм, глубиной 6 мм;

фотопластинки спектральные, типа II, чувствительностью 15-16 отн. ед.;

пипетки 4(6)-2-1(2), 6(7)-2-5(10) и 6(7)-2-25 или 2(3)-2-25 по ГОСТ 29169-91;

ступки из органического стекла с пестиком;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

графит порошок по ГОСТ 23463-79, ос.ч. 8-4;

алюминия гидроокись по настоящему стандарту, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальным содержанием их, которые определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочных графиков;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627-74;

калий бромистый по ГОСТ 4160-74;

метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664-83;

натрий сульфит 7-водный;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86;

натрий углекислый по ГОСТ 83-79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84-76;

растворы, содержащие Si, Fe, Ca и Mg, Pb, готовят по ГОСТ 4212-76;

проявитель метолгидрохиноновый, готовят следующим образом:

раствор А - 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор Б - 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают, и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий, готовят следующим образом: 500 г тиосульфата натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высшего сорта.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.5.2. Подготовка к анализу

Пробы для анализа готовят, смешивая 0,100 г препарата с 0,100 г порошкового графита. Смесь тщательно растирают в ступке из органического стекла.

Для приготовления каждого образца сравнения для построения градуировочного графика 10,00 г гидроокиси алюминия, не содержащего определяемых примесей или с минимальным их содержанием, помещают в ступку из органического стекла и прибавляют растворы, содержащие определяемые примеси в массовых долях, в объемах, указанных в табл.2

Таблица 2

Номера образцов сравнения	Объемы растворов, содержащих примеси, см ³					Массовая доля примеси в препарате, %				
	Si	Fe	Ca	Mg	Pb	Si	Fe	Ca	Mg	Pb
1	2,5	0,2	0,5	0,2	0,2	0,025	0,002	0,005	0,002	0,002
2	5,0	0,5	1,0	0,5	0,5	0,050	0,005	0,010	0,005	0,005
3	10,0	1,0	2,0	1,0	1,0	0,100	0,010	0,020	0,010	0,010

Растворы, содержащие определяемые примеси, прибавляют последовательно, с подсушиванием под инфракрасной лампой. Далее в каждый образец прибавляют 20 см³ спирта, растирают, высушивают под инфракрасной лампой и вновь тщательно растирают (не менее 1,5 ч). Полученные образцы смешивают с порошковым графитом 1:1.

Перед съемкой спектрограммы угольные электроды предварительно обжигают в дуге переменного тока в течение 30 с при силе тока 10 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых примесей.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2)

3.5.3. Проведение анализа

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода (анода) помещают (набивкой) анализируемую пробу или образцы сравнения массой по 0,060 г, зажигают дугу постоянного тока и снимают спектрограмму при следующих условиях:

Напряжение, В

220

Сила тока, А	10
Ширина щели, мм	0,015
Высота промежуточной диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5
Экспозиция, с	30

Спектры анализируемой пробы и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке не менее трех раз. Щель открывают до зажигания дуги.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.5.4. Обработка результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых элементов и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой:

Si - 251,43 и 288,16 нм;

Fe - 302,06 нм;

Ca - 396,84 и 422,67 нм;

Mg - 279,55 и 280,27 нм;

Pb - 283,31 нм.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений (ΔS).

$$\Delta S = S_{\text{л+ф}} - S_{\text{ф}},$$

где $S_{\text{л+ф}}$ - почернение линии и фона;

$S_{\text{ф}}$ - почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочного графика для каждого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, а на оси ординат - разности почернений.

Массовую долю каждой примеси в процентах в препарате находят по графику. Для пересчета Si в SiO₂ найденный по графику результат умножают на 2,15.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 40%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 20\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.6. Массовую долю калия и натрия определяют по ГОСТ 26726-85.

3.7. (Исключен, Изм. N 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют по ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 2-9, 6-1, 11-1 и 11-6 (вложенные в картонные навивные барабаны).

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие алюминия гидроокиси требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения - два года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Гидроокись алюминия - вещество IV класса опасности. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны - 6 мг/см^3 по ГОСТ 12.1.005-88. Гидроокись алюминия обладает фиброгенным действием. Вещество в виде пыли может вызывать раздражение кожных покровов, слизистых оболочек органов дыхания, глаз и желудочно-кишечного тракта.

(Измененная редакция, Изм. N 2)

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводят работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления - укрытиями с местной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1996