# ГОСТ 11841-76 Реактивы. Алюминия гидроокись. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

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 | 3.1а |
| 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 Аl(ОН).

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)], %, не менее | 98 | 97,5 |
| 2. Массовая доля сульфатов (SO), %, 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), %, 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 (Рb), %, 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 см, смачивают 1-2 смводы, прибавляют 5 см 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 см, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

20 см полученного раствора помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см, 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 см

.

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 () в процентах вычисляют по формуле

,

 - объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм, прибавляемый к анализируемому раствору, м;

 - объем раствора 7-водного сернокислого цинка концентрации точно 0,05 моль/дм, израсходованный на обратное титрование, см;

 - масса навески препарата, г;

 - масса гидроокиси алюминия, соответствующая 1 см раствора ди-Nа-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм, 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 ±0,5% при доверительной вероятности 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 см с обратным холодильником (со шлифом), смачивают 2-3 см воды, прибавляют пипеткой 5 см 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 см, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячей водой.

20 см полученного раствора (соответствуют 0,4 препарата) для квалификации чистый для анализа или 5 см 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 см воды и снова упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 20 см воды, прибавляют 1 см раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячей водой. Чашку смывают 2-4 см воды, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 50

см.

3.3.2. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74, визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляют 6 см раствора хлористого бария с массовой долей 20% вместо 3 см 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 SO, |
| для препарата чистый | - 0,05 мг SO, |

1 см раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3 см раствора крахмала и 6 смраствора 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 см с обратным холодильником (на шлифах), прибавляют 10 см 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 см (с меткой на 50 см), 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 см полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см (с меткой на 40 см).

(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 Сl,  |
| для препарата чистый | - 0,025 мг Сl, |

2 см раствора азотной кислоты и 1 см 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 порошковый 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 дм, 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 дм, 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 дм, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

спирт этиловый ректификованный 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 | Массовая доля примеси в препарате, % |
|  | Si | Fe | Са | Mg | Pb | Si | Fe | Са | 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 см 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;

Са - 396,84 и 422,67 нм;

Mg - 279,55 и 280,27 нм;

Рb - 283,31 нм.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ().

,

где  - почернение линии и фона;

 - почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение  для каждого элемента. По значениям  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 SiO 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 ±20% при доверительной вероятности 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 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.