

**ООО «АЗФ»**

(отдел главного металлурга)

УТВЕРЖДАЮ: директор

\_\_\_\_\_ Лапшин С.Г.

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2017 г.

РАЗРАБОТАЛ: главный металлург

\_\_\_\_\_ Кольба А.В.

«30» июля 2017 г.

## **ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**на модификатор глиноземсодержащий МГ АЗФ**

СОГЛАСОВАНО: руководитель  
производства

\_\_\_\_\_ Хватов А.В.

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2017 г.

г. Артемовский, 2017

Настоящие технические условия распространяются на модификатор глиноземсодержащий (далее по тексту «модификатор»). Его применение ускоряет процесс шлаконаведения и разжижения рафинировочного шлака. При этом ускоряется десульфурация, повышается сульфидная емкость шлака, снижается угар раскислителей и ферросплавов, повышается стойкость огнеупоров в шлаковом поясе.

Пример условного обозначения при заказе:

*Модификатор глиноземсодержащий МГ по*

## 1 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Модификатор должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящих технических условий.

1.2 Марки и химический состав модификатора должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

1.3 Таблица 1

Марка	Массовая доля, %						
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	SiO <sub>2</sub>	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Влага
	не менее		не более				
МГ	67-72	15-18	0,3-1	7-8	0,5-1	2,0	0,5-3

1.3 Модификатор марки МГ изготавливают и поставляют в дробленном виде фракции 5-50 мм - не менее 90% от массы партии.

1.4 По взаимному согласованию покупателя и поставщика допускается устанавливать другие диапазоны размеров частиц и/или допуски.

1.5 Модификатор разных плавок одной марки смешивают при условии соответствия средневзвешенного содержания компонентов требованиям таблицы 1 п.1.2.

1.6 Модификатор не должен быть загрязнен скрапом сплава, огнеупорами, инородными материалами.

## 2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

2.1 Пыль модификатора по степени воздействия на организм человека относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007 и ГН 2.2.5.1313-03, малотоксична, обладает преимущественно фиброгенным действием.

2.2 Присутствующие в модификаторе оксиды находятся в виде различных минеральных образований сложного состава. Предельно-допустимая концентрация пыли модификатора в пересчете на Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в воздухе рабочей зоны - 6 мг/м<sup>3</sup>.

2.3 Контроль содержания аэрозолей в воздухе рабочей зоны проводят периодически по ГОСТ 12.1.005 и Руководству Р2.2.2006-05.

2.4 Установки для дробления должны быть оборудованы системой аспирации и пылеочистки.

2.5 Рабочие должны быть обеспечены спецодеждой и спецобувью в соответствии с действующими нормами; для защиты органов дыхания применять респиратор ШБ-1 типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028.

2.6 При работе с упакованным модификатором на складах, при транспортировании - применение специальных средств защиты - не требуется.

2.7 Модификатор негорюч, пожаро- и взрывобезопасен.

2.8 При производстве модификатора сточные воды отсутствуют.

2.9 Некондиционную продукцию и отходы модификатора должны возвращать в производство (переплав).

2.10 Для рыбохозяйственных водоемов сброс модификатора в водоем до полного завершения процесса гидролиза - запрещен.

### **3 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ**

3.1 Отбор и подготовку проб для определения химического состава модификатора проводят по ГОСТ 15054.

3.2 Отбор проб и ситовый анализ для определения гранулометрического состава проводят по ГОСТ 22310 или другими методами, обеспечивающими требуемую точность отбора и определения.

3.3 Определение химического состава модификатора проводят по ГОСТ 2642.3, ГОСТ 2642.5, ГОСТ 2642.7, ГОСТ 2642.8, ГОСТ 2642.9, ГОСТ 2642.15, определение оксида алюминия проводят по методике, изложенной в пункте 3.3.1 настоящих технических условий, или другими методами, обеспечивающими такую же точность определения. Отсутствие загрязнения посторонними примесями оценивают визуально.

3.3.1 Определение массовой доли оксида алюминия в модификаторе проводят по методике приведенной ниже:

#### **Определение массовой доли оксида алюминия.**

Титриметрический комплексометрический метод основан на образовании устойчивого бесцветного комплексного соединения алюминия с трилоном Б в растворе при pH 5,5 и обратном титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

#### **Средства измерений, реактивы, растворы.**

- Весы лабораторные общего назначения высокого класса точности с абсолютной погрешностью при измерении массы не более 0,0002 г;

- Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до (950 + 50) °С;

- Тигли железные «Армко»;

- Посуда стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336;

- Приборы мерные лабораторные стеклянные: бюретки по ГОСТ 29251, пипетки по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227;

- Посуда мерная лабораторная стеклянная: цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770;

- Стандартные образцы состава по ГОСТ 8.315, состав которых соответствует области применения данной методики;

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Натрий пероксид по ТУ 6-09-2706;
- Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1;
- Кислота уксусная по ГОСТ 61;
- Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1;
- Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117;
- Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N', тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> и 0,025 моль/дм<sup>3</sup>;
- Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>;
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300;
- Ксиленоловый оранжевый, индикатор по ТУ 6-09-1509, спиртовой раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>;
- Фенолфталеин, индикатор по ГОСТ 4919.1, спиртовой раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>;
- Бумага индикаторная «Конго».

Растворы для анализа готовят следующим образом:

Трилон Б, растворы с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> и 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 4,65 г или 9,3 г трилона Б соответственно растворяют в 300 см<sup>3</sup>, фильтруют, доводят объем до 1 дм<sup>3</sup> водой, перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному образцу с аттестованным значением массовой доли оксида алюминия, проведенному через ход анализа по п. 4.2. методики.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (Т), установленную по стандартному образцу и выраженную в г/см<sup>3</sup> оксида алюминия вычисляют по формуле 1:

$$T = \frac{C_{со} \cdot m}{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot 100} \quad (1)$$

где  $C_{со}$  - аттестованное значение массовой доли оксида алюминия в стандартном образце, %;

$m$  - масса навески в аликвотной части раствора, взятой для титрования, г;

$V_1$  - объем раствора трилона Б, добавленный к испытуемому раствору, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  - соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка.

Цинк уксуснокислый, раствор с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>: 2,75 г уксуснокислого цинка растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды, приливают 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают.

Для установки соотношения между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка в три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают по 100 см<sup>3</sup> воды, 10-

15 см раствора трилона Б, 20 см ацетатно-буферного раствора и титруют раствором

уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора  
присутствии 5-7 капель ксиленолового оранжевого.

из желтой в малиновую в

Соотношение между растворами трилона Б и  
вычисляют по формуле 2:

уксуснокислого цинка (К)

$$K = \frac{V_1}{V_2}$$

v "

где  $V_j$  - объем раствора трилона Б, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ ;

$V_2$  - объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование  
трилона Б,  $\text{см}^3$ .

Ацетатно-буферный раствор: 550 г уксуснокислого аммония растворяют в 1  $\text{дм}^3$  воды,  
приливают 100  $\text{см}^3$  уксусной кислоты и перемешивают.

### Выполнение измерений

Массовую долю оксида алюминия при контроле продукции определяют параллельно в  
двух навесках.

Навеску массой 0,25 г помещают в железный тигель, перемешивают с 5-6 г пероксида  
натрия стеклянной палочкой, засыпают сверху 1-2 г пероксида натрия, сплавляют в  
муфельной печи при температуре 800-900 °С в течение 5-8 минут. Сплав выщелачивают в  
стакане вместимостью 400  $\text{см}^3$  в 100  $\text{см}^3$  воды. Содержимое стакана кипятят до разрушения  
пероксида водорода. Тигель вынимают из стакана, обмывают его водой. Раствор охлаждают,  
переносят в мерную колбу вместимостью 250  $\text{см}^3$ , доливают до метки водой, перемешивают и  
фильтруют через плотный складчатый фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора 100  $\text{см}^3$  при массовой доле оксида алюминия до 20 % или 50  
 $\text{см}^3$  при массовой доле свыше 20 % помещают в колбу вместимостью 250  $\text{см}^3$ , приливают  
раствор соляной кислоты, разбавленной 1:1, до изменения цвета бумаги «Конго» в синий,  
приливают 10-40  $\text{см}^3$  раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,0125 моль/ $\text{дм}^3$  при  
массовой доле оксида алюминия до 10 % или 0,025 моль/ $\text{дм}^3$  при массовой доле свыше 10 % и  
кипятят 2-3 минуты. Горячий раствор нейтрализуют раствором аммиака, разбавленным 1:1,  
до изменения цвета бумаги «Конго» в красный, охлаждают, приливают 20  $\text{см}^3$   
ацетатно-буферного раствора, добавляют 5-7 капель индикатора ксиленолового оранжевого и  
титруют избыток трилона Б раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора из  
желтой в малиново-красную.

Для хромсодержащих продуктов аликвотную часть раствора 100  $\text{см}^3$  при массовой доле  
оксида алюминия до 20 % или 50  $\text{см}^3$  при массовой доле свыше 20 % помещают в колбу  
вместимостью 250  $\text{см}^3$ , приливают 10-40  $\text{см}^3$  раствора трилона Б 0,025 моль/ $\text{дм}^3$ , добавляют  
2-3 капли фенолфталеина, нейтрализуют раствором соляной кислоты, разбавленной 1:1, до  
исчезновения малиновой окраски раствора, приливают 20  $\text{см}^3$  ацетатно-буферного раствора и  
кипятят 2-3 минуты. Охлажденный раствор титруют в присутствии 2-3 капель ксиленолового  
оранжевого раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора из желтой в  
малиново-красную.

### Обработка результатов

Массовую долю оксида алюминия ( $X_b\%$ ) в анализируемой пробе, вычисляют по формуле 3:

$$X = \frac{T \cdot (V_1 - V_2 \cdot K) \cdot 100}{M}$$

где  $T$  - массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в  $г/см^3$  оксида алюминия;

$V_1$  - объем раствора трилона Б, добавленный к анализируемому раствору,  $см^3$ ;

$V_2$  - объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б,  $см^3$ ;

$K$  - соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

$m$  - масса навески в аликвотной части раствора, взятой для титрования, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, предел повторяемости которых при доверительной вероятности  $P=0,95$  и в диапазоне измеряемых концентраций не должен превышать значений, указанных в таблице 1.

### Контроль процедуры выполнения измерений.

Для контроля процедуры выполнения измерений одновременно с каждой партией рабочих проб проводится анализ образца для контроля (ГСО, СОП, синтетическая смесь).

Отклонение результата измерения массовой доли определяемого компонента в образце для контроля  $X$  от аттестованного (расчетного) значения  $C$  не должно превышать норматив контроля  $K_t$  (табл.2).

Таблица 2 - Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и нормативы контроля

Массовая доля оксида алюминия	Предел допускаемой погрешности, А (P=0,95)	Предел повторяемости, г (P=0,95)	Критический диапазон, $CR_{0,95}$ (4)	Предел воспроизводимости, R (P=0,95)	Предел внутрилабораторной прецизионности Да (P=0,95)	Норматив контроля процедуры выполнения измерений, $K_t$ (P=0,90)
от 2,0 до 5,0 вкл	0,21	0,21	0,28	0,30	0,26	0,15
св. 5,0-10,0	0,29	0,29	0,38	0,42	0,35	0,21
10,0-20	0,4	0,4	0,5	0,6	0,5	0,3
20-50	0,7	0,6	0,9	0,9	0,8	0,5
50-99	0,9	0,9	1,2	1,3	1,1	0,6

### Контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Результаты, полученные в двух лабораториях ( $X_1$   $X_2$ ), признают приемлемыми, если абсолютное расхождение между ними не превышает предела воспроизводимости  $R = 2,77 \sigma_R$

$$X_1 - X_2 \leq R, \quad (P = 0,95) \quad (4),$$

3.4 При выполнении условия (4) в качестве окончательного результата может быть использовано общее среднее.

3.5 Отсутствие загрязнения модификатора посторонними примесями оценивают визуально.

#### **4 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ**

4.1 Модификатор глиноземсодержащий принимают партиями. Партия - количество модификатора одной марки одной или нескольких плавков, одновременно отгружаемое потребителю и сопровождаемое документом о качестве (сертификатом), содержащим:

- наименование предприятия - изготовителя;
- марку модификатора;
- номер партии;
- массу партии;
- химический состав партии;
- дату изготовления;
- обозначение настоящих технических условий;
- штамп ОТК.

4.2 Массовые доли всех компонентов, указанных в таблице 1, определяют в модификаторе каждой плавки.

4.3 Определение гранулометрического состава модификатора проводят по требованию потребителя, или у поставщика на каждой десятой партии.

4.4 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному показателю проводят повторные испытания на удвоенном количестве проб, отобранных от той же плавки. Результат повторных испытаний является окончательным.

#### **5 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ**

5.1 Модификатор глиноземсодержащий транспортируют любым видом транспорта, упакованный по требованию потребителя в мягкие контейнеры типа МКР с полиэтиленовым вкладышем, в соответствии с действующими правилами перевозки грузов для данного вида транспорта.

5.2 Модификатор должен храниться отдельно по партиям в крытых складах, под навесом, или под съёмными укрытиями, исключающими попадание атмосферных осадков.

#### **6 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ**

6.1 Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие качества модификатора требованиям настоящих технических условий при соблюдении установленных правил транспортирования и хранения.