

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ**Методы определения оксида алюминия**

Talc and talcomagnesite.
 Methods for determination
 of aluminium oxide

ГОСТ**19728.5—88****ОКСТУ 5709**

Срок действия с 01.01.89
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает комплексонометрический и фотометрический методы определения оксида алюминия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Отбор проб — по ГОСТ 19730—74.
- 1.2. Общие требования к методам определения оксида алюминия — по ГОСТ 19728.0—74.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

(при массовой доле оксида алюминия до 1 %)

2.1. Сущность метода заключается в образовании окрашенного комплексного соединения алюминия с антрахромом при pH 4,7—4,9.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78.

Весы лабораторные 2-го класса точности, с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1, раствор 1 моль/дм³.

С. 2 ГОСТ 19728.5—88

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 15 г/дм³, готовят небольшими порциями в день применения.

α -динитрофенол, насыщенный водный раствор (перед употреблением отфильтровывают).

Антрахром, раствор концентрации 1 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор концентрации 80 г/дм³.

Алюминий гранулированный.

Стандартные растворы алюминия:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,5291 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 160 см³ соляной кислоты (1 : 1), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 1 мг оксида алюминия;

раствор Б: в мерную колбу вместимостью 1 дм³ отбирают 10 см³ раствора А, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,01 мг оксида алюминия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. От раствора после отделения оксида кремния по ГОСТ 19728.3—74 отбирают аликовтную часть 5 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 30—35 см³ воды, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Через 5 мин добавляют 2 капли раствора α -динитрофенола, раствора аммиака до слабо желтого окрашивания, раствора соляной кислоты 1 моль/дм³ до исчезновения окрашивания и 3 см³ в избыток. Приливают 10 см³ раствора антрахрома и 20 см³ раствора уксуснокислого натрия, доводят до метки водой, перемешивают и через 30 мин фотометрируют, применяя оранжевый светофильтр (590—600 нм) и кюветы толщиной слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности по градуировочному графику находят массу оксида алюминия в миллиграммах.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 1; 2; 3; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг оксида алюминия. В колбы приливают по 5 см³ раствора контрольного опыта, по 30—35 см³ воды, по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее анализ продолжают, как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им массам оксида алюминия в миллиграммах строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида алюминия, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликовотной части раствора, см³;

m — масса навески, г.

2.4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,06 %.

3. КОМПЛЕКСНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

(при массовой доле оксида алюминия выше 1 %)

3.1. Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения трилона Б с алюминием при pH 2—3 и титровании избыточного количества трилона Б уксуснокислым цинком при pH 5,5 с индикатором ксиленоловым оранжевым.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1 моль/дм³ раствор (концентрация 80 г/дм³).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Ксиленоловый оранжевый, раствор концентрации 0,1 г в 100 см³ спирта или твердая смесь, приготовленная растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого натрия.

Ацетатно-буферный раствор (pH 5,5), приготовленный растворением 100 г уксуснокислого аммония и 10 см³ концентрированной уксусной кислоты в 1 дм³ раствора.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—74, раствор 0,025 моль/дм³.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см³ оксида алюминия (III) вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1}{1,566},$$

где C_1 — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду железа (III), установленная по ГОСТ 19728.4—74, г/см³;

1,566 — отношение молекулярной массы оксида железа (III) к молекулярной массе оксида алюминия.

С. 4 ГОСТ 19728.5—88

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор 0,025 моль/дм³, приготовленный следующим образом: 5,5 г соли растворяют в воде, приливают 2 см³ уксусной кислоты, доливают до 1 дм³ водой и перемешивают.

Допускается применение трилона Б, приготовленного из стандарт-титра, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3. Подготовка к анализу

Для установления соотношения раствора трилона Б и уксуснокислого цинка в конические колбы вместимостью по 250 см³ помещают 10,15 и 20 см³ 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, разбавляют до 100 см³ водой, приливают по 10 см³ ацетатного буферного раствора, добавляют 0,01—0,02 г ксиленолового оранжевого и титруют до изменения окраски раствора из желтой в розовую уксуснокислым цинком.

Соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка (*K*) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где *V* — объем раствора трилона Б (0,025 моль/дм³), взятый для установления соотношения, см³;

*V*₁ — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. От раствора после отделения оксида кремния по ГОСТ 19728.3—74 или от раствора по ГОСТ 19728.4—88 отбирают аликвотную часть 50 см³, приливают 15 см³ раствора трилона Б, прибавляют 0,01—0,02 г ксиленолового оранжевого и по каплям разбавленный аммиак до изменения окраски раствора из желтой в розовую. Затем добавляют 1 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. После охлаждения к раствору приливают 10 см³ ацетатно-буферного раствора, прибавляют 0,01—0,02 г ксиленолового оранжевого и оттитровывают избыток трилона Б раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в розовую.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю оксида алюминия (*X*) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot C \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m} - 0,638 \cdot (X_1 + X_2),$$

где *V* — объем раствора трилона Б, взятый в избытке, см³;

*V*₁ — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент соотношения раствора трилона Б и уксусно-кислого цинка;

C — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду алюминия, г/см³;

V_2 — объем исходного раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г;

0,638 — коэффициент пересчета оксида железа (III) и оксида титана на оксид алюминия;

X_1 — массовая доля оксида железа (III) в пробе, %;

X_2 — массовая доля оксида титана в пробе, %.

3.5.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,2 % при массовой доле оксида алюминия до 3,0 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

**И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы),
С. Н. Шевцова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 319

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19728.5—74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|-----------------------------------------|-------------------------|
| ГОСТ 61—75 | 3.1.1 |
| ГОСТ 199—78 | 2.1.1 |
| ГОСТ 3117—78 | 3.1.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.1.1, 3.1.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.1.1 |
| ГОСТ 4233—77 | 3.1.1 |
| ГОСТ 5823—78 | 3.1.1 |
| ГОСТ 10652—74 | 3.1.1 |
| ГОСТ 12083—78 | 2.1.1 |
| ГОСТ 18300—72 | 3.1.1 |
| ГОСТ 19728.0—74 | 1.1 |
| ГОСТ 19728.3—74 | 2.2.1, 3.2.1 |
| ГОСТ 19728.4—88 | 3.3.1 |
| ГОСТ 19730—74 | 1.1 |
| ГОСТ 24104—80 | 2.1.1 |