МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

## Определение оксида алюминия

Издание официальное

БЗ 1—2000/767

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 13 «Неметаллоруд»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. № 300-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.5—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 19728.5—88

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Общие требования . . . . . 1
4 Фотометрический метод . . . . . 2
4.1 Сущность метода . . . . . 2
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . . 2
4.3 Подготовка к анализу . . . . . 2
4.4 Проведение анализа . . . . . 2
4.5 Обработка результатов . . . . . 2
5 Комплексонометрический метод . . . . . 3
5.1 Сущность метода . . . . . 3
5.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . . 3
5.3 Подготовка к анализу . . . . . 3
5.4 Проведение анализа . . . . . 3
5.5 Обработка результатов . . . . . 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

## Определение оксида алюминия

Talc and talcomagnesite. Methods for determination of aluminium oxide

Дата введения 2002—03—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает методы определения оксида алюминия:

фотометрический — при массовой доле оксида алюминия до 1 %;

комплексонометрический — при массовой доле оксида алюминия свыше 1 %.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин—N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19728.0—2001 Тальк и талькомагнезит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19728.3—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение оксида кремния (IV)

ГОСТ 19728.4—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение оксида железа (III)

ГОСТ 19730—74 Тальк и талькомагнезит. Метод отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

## 3 Общие требования

3.1 Отбор проб — по ГОСТ 19730.

3.2 Общие требования к методам определения оксида алюминия — по ГОСТ 19728.0.

Издание официальное

## 4 Фотометрический метод

**4.1 Сущность метода**

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

**4.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Стаканы по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:2.

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

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

α-Динитрофенол по НД, насыщенный водный раствор (перед употреблением отфильтровывают).

Антразохром по НД, раствор 1 г/дм³.

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

Алюминий гранулированный по НД.

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.

**4.3 Подготовка к анализу**

4.3.1 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают 1; 2; 3; 4; 6; 8; 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,006; 0,08 и 0,10 мг оксида алюминия. В каждую колбу приливают 5 см³ раствора контрольного опыта по ГОСТ 19728.3, 30 — 35 см³ воды и 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты.

Через 5 мин добавляют 2 капли раствора α-динитрофенола, по каплям раствор аммиака до слабо-желтого окрашивания, раствор соляной кислоты 1 моль/дм³ до исчезновения окрашивания и 3 см³ в избыток. Приливают 10 см³ раствора антразохрома и 20 см³ раствора уксуснокислого натрия, доводят до метки водой, перемешивают и через 30 мин фотометрируют, применяя светофильтр с областью светопропускания 590 — 600 нм, в кюветах толщиной колориметрируемого слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.3.2 Строят градуировочный график зависимости оптических плотностей растворов от соответствующих им масс оксида алюминия в миллиграммах.

**4.4 Проведение анализа**

4.4.1 От раствора после отделения оксида кремния по ГОСТ 19728.3 отбирают аликвотную часть 5 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 — 35 см³ воды, 2 см³ аскорбиновой кислоты и далее анализ продолжают, как указано в 4.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

**4.5 Обработка результатов**

4.5.1 Массовую долю оксида алюминия $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \qquad (1)$$

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

$V$ — объем исходного раствора, см³;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см³;

$m$ — масса навески пробы, г.

4.5.2 Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,06 %.

## 5 Комплексонометрический метод

**5.1 Сущность метода**

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.

**5.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Колбы конические по ГОСТ 25336.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Ксиленоловый оранжевый по НД, раствор 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, раствор 0,025 моль/дм³.

Концентрацию раствора трилона Б по оксиду алюминия (III) $C$, г/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1}{1{,}566}, \qquad (2)$$

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

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

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, 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 применять трилон Б, приготовленный из стандарт-титра, который растворяют в мерной колбе вместимостью 2 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

**5.3 Подготовка к анализу**

5.3.1 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 уксуснокислым цинком до изменения окраски из желтой в розовую.

5.3.2 Соотношение растворов трилона Б и уксуснокислого цинка $K$ вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1}, \qquad (3)$$

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

$V_1$ — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³.

**5.4 Проведение анализа**

5.4.1 От раствора после отделения оксида кремния по ГОСТ 19728.3 или от раствора по ГОСТ 19728.4 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 раствора соляной кислоты 1 моль/дм³. 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.

**5.5 Обработка результатов**

5.5.1 Массовую долю оксида алюминия $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1 K) C V_2 100}{V_3 m} - 0{,}638 (X_1 + X_2) . \qquad (4)$$

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 уксуснокислого цинка;

$C$ — 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 пробы, 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 титана в пробе, %.

5.5.2 Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,2 % при массовой доле оксида алюминия до 3,0 %.

УДК 622.354.3—492:546.723—31.06:006.354 МКС 73.080 А59 ОКСТУ 5709

Ключевые слова: тальк, талькомагнезит, микротальк, оксид алюминия, фотометрический, комплексонометрический методы определения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.08.2001. Подписано в печать 26.09.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 245 экз. С 2137. Зак. 909.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru