УДК 622.367:546.621—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Методы определения массовой доли оксида алюминия

Non-metallic ore materials. Methods for determination of alumina mass fraction

ГОСТ 26318.4—84

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает комплексонометрический и дифференциальный фотометрический методы определения массовой доли оксида алюминия.

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли оксида алюминия определение проводят комплексонометрическим методом.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения массовой доли оксида алюминия — по ГОСТ 26318.0—84.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Метод основан на 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.

2.1. Реактивы, растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации 1 моль/дм^3;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, концентрированную и раствор концентрации 1 моль/дм^3);

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации 40 г/дм³;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

ксиленоловый оранжевый раствор концентрации 0,1 г в 100 см³ воды или твердая смесь, приготовленная растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого натрия;

ацетатный буферный раствор (pH 5,5), приготовленный растворением 100 г уксуснокислого аммония и 10 см³ концентрированной уксусной кислоты в 1 дм³ раствора. Буферный раствор с pH 5 5 можно приготовить также смешиванием 115 см³ раствора уксусной кислоты концентрации 1 моль/дм³ и 100 см³ раствора гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм³ с последующим доведением раствора водой до 1 дм³;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации 0,05 моль/дм³, готовят из стандарт-титра;

цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор концентрации 0,05 моль/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление раствора уксуснокислого цинка*

11 г уксуснокислого цинка растворяют в воде, приливают 2 см³ концентрированной уксусной кислоты, доливают до 1 дм³ водой и перемешивают.

2.2.2. *Установление соотношения между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка*

В три конические колбы вместимостью 250 см³ помещают по 10, 15 и 20 см³ раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³, доливают водой до 100 см³, приливают по 10 см³ ацетатного буферного раствора, по 10—12 капель 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 (0,05 моль/дм³), взятый для установления соотношения, см³;

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. От анализируемого раствора 2 по ГОСТ 26318.1—84 отбирают аликвотную часть 25 см³, приливают 20 см³ раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³, прибавляют 10—12 ка-

пель ксиленолового оранжевого и по каплям разбавленный аммиак до изменения окраски раствора из желтой в розовую. Затем добавляют 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³. Раствор нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. После охлаждения к раствору приливают 10 см³ ацетатного буферного раствора, 10—12 капель ксиленолового оранжевого и оттитровывают избыток трилона Б раствором уксуснокислого цинка до изменения окраски из желтой в розовую.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot V_2 \cdot 0{,}002549 \cdot 100}{V_3 \cdot m} - 0{,}638(X_1 + X_2),$$

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

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент соотношения растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

V_2 — объем всего анализируемого раствора 2, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора 2, взятый для проведения анализа, см³;

0,002549 — титр 0,05 М раствора трилона Б, по окиси алюминия, г/см³;

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

X_1 — массовая доля окиси железа в пробе, %;

X_2 — массовая доля двуокиси титана в пробе, %;

m — масса навески, г.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величины, приведенной в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ

Метод основан на образовании фиолетово-красного комплексного соединения алюминия с метилтимоловым синим при pH 3,8—4,2.

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

баню водяную;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;

кислоту винную по ГОСТ 5817—77;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78;

метилтимоловый синий;

стандартный образец материала, близкий по химическому составу к анализируемому.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Приготовление составного реагента:*

2,5 г метилтимолового синего растворяют в 200—250 см³ воды, добавляют к раствору 5 г винной кислоты и 40 г уксуснокислого натрия. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив 10—12 сут.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика используют градуировочные растворы, содержащие 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,10; 0,11; 0,12 и 0,13 г стандартного образца, приготовленные для построения градуировочного графика при определении диоксида кремния по ГОСТ 26318.4—84. В случае использования стандартного образца КПШТМ-0,2—2 № 3282—85 в указанных растворах масса оксида алюминия соответственно составит 8,83; 10,30; 11,78; 13,25; 14,72; 16,19; 17,66 и 19,14 мг.

В мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают по 10 см³ каждого раствора стандартного образца и приливают по 15 см³ составного реагента. Растворы нагревают 5—7 мин на кипящей водяной бане, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Через 10—15 мин растворы фотометрируют, применяя зеленый светофильтр (500—520 нм) и кюветы с толщиной слоя 5 мм. Раствором сравнения служит раствор с массой оксида алюминия 8,83 мг.

По данным оптических плотностей и соответствующим им концентрациям окиси алюминия строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. В мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть анализируемого раствора в зависимости от ожидаемого содержания окиси алюминия по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Объем аликвотной части, см³			
	анализируемый раствор 1	раствор холостого опыта 1	анализируемый раствор 2	раствор холостого опыта 2
От 1 до 10	—	—	5	5
Св. 10 » 20	10	—	—	—
» 20 » 30	5	5	—	—

К раствору добавляют 15 см^3 составного реагента и далее поступают как при построении градуировочного графика, используя тот же раствор сравнения.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание окиси алюминия, мг.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах вычисляют по формулам:

при использовании анализируемого раствора I

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

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

V — объем аликвотной части раствора, взятый для построения градуировочного графика, см^3;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

при использовании анализируемого раствора II

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}.$$

3.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений для комплексонометрического и фотометрического методов не должны превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида алюминия, %	Допускаемое расхождение, %
5,0	0,24
10	0,33
20	0,43
30	0,52
40	0,58

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 20543.6—75 и ГОСТ 14328.5—77

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1.1
ГОСТ 199—78	3.1.1
ГОСТ 3117—78	2.1.1
ГОСТ 3118—77	2.1.1; 3.1.1
ГОСТ 3760—79	2.1.1
ГОСТ 4233—77	2.1.1
ГОСТ 4328—77	2.1.1
ГОСТ 5817—77	3.1.1
ГОСТ 5823—78	2.1.1
ГОСТ 10652—73	2.1.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1
ГОСТ 26318.1—84	2.3.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242

6. Переиздание (май 1991 г.) с изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1986 г., в июле 1988 г., в октябре 1990 г. (ИУС 1—87, 11—88, 4—91)

gost.e-ecolog.ru