УДК 622.354.3—492:546.621—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 антразохромом 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/дм^3.

gost.e-ecolog.ru

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 15 г/дм^3, готовят небольшими порциями в день применения.

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

Антразохром, раствор концентрации 1 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор концентрации 80 г/дм^3.

Алюминий гранулированный.

Стандартные растворы алюминия:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,5291 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 160 см^3 соляной кислоты (1 : 1), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора А соответствует 1 мг оксида алюминия;

раствор Б: в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 отбирают 10 см^3 раствора А, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 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 аликвотную часть 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 30—35 см^3 воды, 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Через 5 мин добавляют 2 капли раствора α-динитрофенола, раствора аммиака до слабо желтого окрашивания, раствора соляной кислоты 1 моль/дм^3 до исчезновения окрашивания и 3 см^3 в избыток. Приливают 10 см^3 раствора антразохрома и 20 см^3 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 см^3 отбирают 1; 2; 3; 4; 6; 8 и 10 см^3 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 см^3 раствора контрольного опыта, по 30—35 см^3 воды, по 2 см^3 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, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески, г.

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

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

(при массовой доле оксида алюминия свыше 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/дм^3 раствор (концентрация 80 г/дм^3).

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 см^3 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 см^3 концентрированной уксусной кислоты в 1 дм^3 раствора.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—74, раствор 0,025 моль/дм^3.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см^3 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/см^3;

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

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор 0,025 моль/дм^3, приготовленный следующим образом: 5,5 г соли растворяют в воде, приливают 2 см^3 уксусной кислоты, доливают до 1 дм^3 водой и перемешивают.

Допускается применение трилона Б, приготовленного из стандарт-титра, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм^3, 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 см^3 помещают 10,15 и 20 см^3 0,025 моль/дм^3 раствора трилона Б, разбавляют до 100 см^3 водой, приливают по 10 см^3 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/дм^3), взятый для установления соотношения, см^3;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см^3.

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 см^3, приливают 15 см^3 раствора трилона Б, прибавляют 0,01—0,02 г ксиленового оранжевого и по каплям разбавленный аммиак до изменения окраски раствора из желтой в розовую. Затем добавляют 1 см^3 1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. После охлаждения к раствору приливают 10 см^3 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, см^3;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент соотношения раствора трилона Б и уксуснокислого цинка;

C — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду алюминия, г/см^3;

V_2 — объем исходного раствора, см^3;

V_3 — объем аликвотной части раствора, см^3;

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

gost.e-ecolog.ru