ГОСТ 19728.5-2001. Тальк и талькомагнезит. Определение оксида алюминия.

Дата введения 1 марта 2002 г.

Взамен ГОСТ 19728.5-88

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.

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.

альфа-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 альфа-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) С, 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 К 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%.