

## МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Методы определения массовой доли  
оксида алюминияNon-metallic ore materials.  
Methods for determination of alumina mass fractionГОСТ  
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 комплексометрический и дифференциальный фотометрический методы определения массовой доли оксида алюминия.

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

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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<sup>3</sup>;

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

Издание официальное

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

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;  
 натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;  
 натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации 40 г/дм<sup>3</sup>;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

ксиленоловый оранжевый раствор концентрации 0,1 г в 100 см<sup>3</sup> воды или твердая смесь, приготовленная растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого натрия;

ацетатный буферный раствор (рН 5,5), приготовленный растворением 100 г уксуснокислого аммония и 10 см<sup>3</sup> концентрированной уксусной кислоты в 1 дм<sup>3</sup> раствора. Буферный раствор с рН 5,5 можно приготовить также смешиванием 115 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup> с последующим доведением раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, готовят из стандарт-титра;

цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

(Имененная 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 см<sup>3</sup> концентрированной уксусной кислоты, доливают до 1 дм<sup>3</sup> водой и перемешивают.

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

В три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 10, 15 и 20 см<sup>3</sup> раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, доливают водой до 100 см<sup>3</sup>, приливают по 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>), взятый для установления соотношения, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

## 2.3. Проведение анализа

2.3.1. От анализируемого раствора 2 по ГОСТ 26318.1—84 отбирают аликвотную часть 25 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, прибавляют 10—12 ка-

пель ксиленолового оранжевого и по каплям разбавленный аммиак до изменения окраски раствора из желтой в розовую. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>. Раствор нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. После охлаждения к раствору приливают 10 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент соотношения растворов трилона Б и уксуснокислого цинка;

$V_2$  — объем всего анализируемого раствора 2, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем аликвотной части раствора 2, взятый для проведения анализа, см<sup>3</sup>;

0,002549 — титр 0,05 М раствора трилона Б, по окиси алюминия, г/см<sup>3</sup>;

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 рН 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 см<sup>3</sup> воды, добавляют к раствору 5 г винной кислоты и 40 г уксуснокислого натрия. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> отбирают по 10 см<sup>3</sup> каждого раствора стандартного образца и приливают по 15 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть анализируемого раствора в зависимости от ожидаемого содержания окиси алюминия по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси алюминия, %	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>			
	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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_1$  — объем аликвотной части анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

при использовании анализируемого раствора II

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

3.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений для комплексометрического 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. Федосьева, 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)**