

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Метод определения оксида алюминия (III)

Concentrated kaolin.

Method for determination of aluminium oxide (III)

ГОСТ

19609.3—89

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91

до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает комплексонометрический метод определения оксида алюминия (III).

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.

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 19609.0.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Основной раствор, приготовленный по п. 2.4 ГОСТ 19609.1.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Ксиленоловый оранжевый, 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—73, раствор 0,025 моль/дм³, приготовленный по ГОСТ 19609.1, п. 4.2.

Массовую концентрацию раствора 0,025 моль/дм³ трилона Б (С) в граммах на сантиметр кубический оксиду алюминия (III) вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1}{1,566},$$

где C_1 — массовая концентрация трилона Б по оксиду железа (III), г/см³, установленная по п. 4.2 ГОСТ 19609.1.

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

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор 0,025 моль/дм³, приготовленный следующим образом: 5,5 г уксуснокислого цинка растворяют в воде, приливают 2 см³ уксусной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

Для установления соотношения растворов трилона Б и уксуснокислого цинка в конические колбы вместимостью по 250 см³ отмеряют бюреткой 10, 15 и 20 см³ 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, разбавляют водой до 100 см³, приливают по 20 см³ ацетатно-буферного раствора, добавляют 0,01—0,02 г ксиленолового оранжевого и титруют до изменения окраски 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/дм³), взятый для установления соотношения, см³;

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1 ГОСТ 19609.1, отбирают аликвотную часть 50 см³, приливают 20 см³ 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 1 моль/дм³ соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. После охлаждения к раствору приливают 20 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.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида алюминия (III) ($X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot C \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m} - 0,638(X_1 + X_2),$$

- где V — объем раствора трилона Б, взятый в избытке, см³;
 V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;
 K — коэффициент соотношения раствора трилона Б и уксуснокислого цинка;
 C — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду алюминия (III), г/см³;
 V_2 — объем основного раствора, см³;
 V_3 — объем аликвотной части раствора, см³;
 m — масса навески, г;
 0,638 — коэффициент пересчета оксида железа (III) и оксида титана (IV) на оксид алюминия (III);
 X_1 — массовая доля оксида железа (III) в пробе, %;
 X_2 — массовая доля оксида титана (IV) в пробе, %.
- 4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,5 % при массовой доле оксида алюминия (III) от 30 до 40 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы)

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19609.3—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 3117—78	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 5823—78	2
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 19609.0—89	1
ГОСТ 19609.1—89	2, 3