

**ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ  
ПЕСЧАНИК, КВАРЦИТ И ЖИЛЬНЫЙ  
КВАРЦ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ  
ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ**

Издание официальное

## Предисловие

## 1. РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

## 2. ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

## 3. Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 22552.3—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 22552.3—77

## 5. Переиздание. Июнь 1997 г.

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ ПЕСЧАНИК,  
КВАРЦИТ И ЖИЛЬНЫЙ КВАРЦ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ  
ПРОМЫШЛЕННОСТИ****ГОСТ  
22552.3—93****Методы определения оксида алюминия****Quartz sand, ground sandstone, quartzite and  
veiny quartz for glass industry. Methods for  
determination of aluminium oxide**

ОКСТУ 5726

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, предназначенные для стекольной промышленности, и устанавливает объемный комплексонометрический и фотоколориметрические методы определения оксида алюминия.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22552.0.

**2. ОБЪЕМНЫЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
(ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ СВЫШЕ 0,1 %)**

Сущность метода заключается в образовании трилонатного комплекса алюминия при  $\text{pH}=5,2-5,8$  и титровании избытка трилона В раствором сернистого цинка.

**2.1. Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Посуда платиновая по ГОСТ 6563.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484, х.ч. или ос.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

**Издание официальное**

Аммиак водный по ГОСТ 3760, концентрированный и раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикаторы:

бумага «конго»,

эриохром черный Т — сухая индикаторная смесь с хлористым калием 2:100;

ксиленоловый оранжевый — раствор 2 г/дм<sup>3</sup>;

кислотный хром темно-синий, готовят следующим образом: 0,15 г индикатора растворяют в 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, добавляют 20 см<sup>3</sup> этилового спирта и перемешивают.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>.

Цинк металлический гранулированный.

Трилон Б (динатриевая соль, этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм<sup>3</sup>.

Ацетатный буферный раствор с рН 5,5—6,0, готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония растворяют в 300—400 см<sup>3</sup> воды (для лучшего растворения раствор подогревают), фильтруют, добавляют 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают, рН буферных растворов проверяют на рН-метре и при необходимости добавляют кислоты, аммиака или щелочи.

Аммиачный буферный раствор с рН 9,5—10,0, готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, к полученному раствору прибавляют 350 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>.

## 2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Приготовление титрованных растворов — по ГОСТ 10398.

2.2.2. Раствор трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем водой до 1 дм<sup>3</sup>. Раствор хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри сосудах. Допускается приготовление раствора из стандарт-титра трилона Б.

2.2.3. Раствор соли цинка точно 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (для установки коэффициента молярности раствора трилона Б), готовят следующим образом: взвешивают 1,6345 г цинка, свежеччищенного стальным ножом от оксида, помещают в фарфоровую чашку и растворяют при

нагревании на водяной бане в смеси 100 см<sup>3</sup> воды и 15 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом, затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3—4 см<sup>3</sup>. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор годен в течение 1 месяца.

2.2.4. Коэффициент молярности раствора трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup> определяют по раствору соли цинка следующим образом: к аликвотной части 25 см<sup>3</sup> раствора соли цинка точно 0,025 моль/дм<sup>3</sup> прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эрихром черного Т или 10—12 капель раствора кислотного хром темно-синего и 70 см<sup>3</sup> воды.

Раствор перемешивают и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синию (при применении эриохрома черного Т) или малиновой в неизменяющуюся синюю (при применении кислотного хрома темно-синего). Отмечают объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование.

Коэффициент молярности раствора трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup> ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Допускается устанавливать коэффициент молярности раствора трилона Б по Государственному стандартному образцу состава стекла, а также по стандарт-титру серноокислого магния.

2.2.5. Рабочий раствор серноокислого цинка 0,025 моль/дм<sup>3</sup> для титрования оксида алюминия, готовят следующим образом: 7,2 г серноокислого цинка растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Коэффициент соответствия рабочего раствора серноокислого цинка определяют следующим образом: в коническую колбу для титрования отмеряют бюреткой 10 см<sup>3</sup> 0,025 М раствора трилона Б, прибавляют 70 см<sup>3</sup> воды и нагревают до 50 °С. Опускают в раствор бумагу «конго» и прибавляют аммиак по каплям до покраснения бумаги. Затем добавляют 20 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения и титруют из бюретки рабочим раствором серноокислого цинка 0,025 моль/дм<sup>3</sup> с индикатором ксиленоловым

оранжевым до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем сернокислого цинка, израсходованный на титрование. Коэффициент соответствия рабочего раствора сернокислого цинка  $0,025$  моль/дм<sup>3</sup> ( $K_1$ ) для титрования вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{K \cdot 10}{V_1},$$

где  $K$  — коэффициент молярности раствора трилона Б  $0,025$  моль/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем рабочего раствора сернокислого цинка, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>.

Коэффициент молярности раствора трилона Б и коэффициент соответствия сульфата цинка должны быть  $0,95—1,05$ .

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Масса навески песка в зависимости от массовой доли оксида алюминия указана в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Масса навески, г	Объем приливаемого раствора трилона Б, см <sup>3</sup>
От 0,05 до 0,3 включ.	0,5	5
Св. 0,3 » 1,0 »	0,2	5
» 1,0 » 2,0 »	0,2	5
» 2,0 » 4,0 »	0,2	10

2.3.2. Навеску песка помещают в платиновую чашку, смачивают водой и смешивают платиновым шпателем с  $1—2$  см<sup>3</sup> серной кислоты и  $8—10$  см<sup>3</sup> плавиковой кислоты. Смесь выпаривают на электрической плитке со слабым нагревом до удаления паров плавиковой кислоты, периодически перемешивая. Затем повышают температуру нагрева до обильного выделения белых паров серной кислоты, пока содержимое чашки не примет в горячем виде сиропообразную консистенцию.

Полученный остаток солей полностью растворяют при нагревании в небольшом количестве воды и  $3—5$  см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор переносят в коническую колбу для титрования вместимостью

250 см<sup>3</sup> и прибавляют раствор трилона Б. Объем приливаемого раствора трилона Б в зависимости от содержания оксида алюминия указан в табл. 1. Раствор нагревают до 50 °С и прибавляют по каплям раствор аммиака 100 г/дм<sup>3</sup> до покраснения бумаги «конго». При отсутствии бумаги «конго» добавляют 2—3 капли ксиленолового оранжевого и приливают аммиак до изменения окраски индикатора. Затем прибавляют 20 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, кипятят 1—2 мин, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидросиламина, после чего сразу же в горячем состоянии титруют из бюретки раствором сернокислого цинка 0,025 моль/дм<sup>3</sup> с индикатором ксиленоловым оранжевым до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование.

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V \cdot K - V_1 K_1) \cdot 0,001275 \cdot 100}{m} - 0,6384X_1 - 0,6380X_2,$$

- где  $V$  — объем раствора трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  — объем раствора сернокислого цинка 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, см<sup>3</sup>;  
 $K$  — коэффициент молярности раствора трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup>;  
 $K_1$  — коэффициент соответствия раствора сернокислого цинка 0,025 моль/дм<sup>3</sup>;  
 0,001275 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, г;  
 $m$  — масса навески песка, г;  
 $X_1$  — массовая доля оксида железа (III), %;  
 0,6384 — коэффициент пересчета массовой доли оксида железа на оксид алюминия;  
 $X_2$  — массовая доля оксида титана, %;  
 0,6380 — коэффициент пересчета оксида титана на оксид алюминия.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,05 % при массовой доле оксида алюминия в песке до 0,8 % и 0,1 % — при массовой доле оксида алюминия в песке более 0,8 %.

### 3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С АНТРАЗОХРОМОМ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ДО 2 %)

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения алюминия с антразохромом в уксуснокислой среде при рН 4,8—4,9 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 590 нм.

#### 3.1. А п п а р а т у р а , р е а к т и в ы , р а с т в о р ы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 или спектрофотометр.

Посуда платиновая по ГОСТ 6563.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) ос.ч. по НТД или х.ч. по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная, раствор 1 моль/дм<sup>3</sup> и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:2.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, высшего сорта, α-динитрофенол, спиртовой раствор 1 г/дм<sup>3</sup> или β-динитрофенол, водный раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Антразохром, раствор 1,5 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый трехводный по ГОСТ 199 или аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

Раствор фоновый, готовят следующим образом: 2 г сернокислого натрия растворяют в 200—300 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,64 см<sup>3</sup> серной кислоты и доводят водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Алюминий металлический по ГОСТ 13726.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Стандартный образец состава натрий-кальций силикатного термополированного стекла (СТ-2-НКС) ГСО 5456—90 или аналогичный.

#### 3.2. Подготовка к анализу

Стандартный раствор, содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> оксида алюминия, готовят из ГСО состава стекла.

0,5882 г ГСО 5456—90 помещают в платиновую чашку, приливают 7—10 см<sup>3</sup> плавиковой кислоты и 1—1,5 см<sup>3</sup> серной кислоты. Со-

держимое чашки выпаривают при периодическом перемешивании на электрической плитке до прекращения выделения белых паров серного ангидрида. Сухой остаток растворяют при кипячении в 4—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 30—40 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление стандартного раствора оксида алюминия из металлического алюминия. Для этого 0,2647 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:1, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор содержит 1 мг/см<sup>3</sup> оксида алюминия. Непосредственно перед употреблением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> оксида алюминия следующим образом: 5 см<sup>3</sup> раствора, содержащего 1 мг/см<sup>3</sup> оксида алюминия, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску песка массой 0,10—0,25 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой и приливают 1 см<sup>3</sup> серной кислоты и 5—7 см<sup>3</sup> плавиковой кислоты. Содержимое чашки выпаривают при периодическом перемешивании на электрической плитке до прекращения выделения белых паров серного ангидрида. Сухой остаток растворяют при кипячении в 4—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 30—40 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Аликвотную часть раствора 10—25 см<sup>3</sup> помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina и 5 см<sup>3</sup> раствора фона, нагревают в течение 3—5 мин на водяной бане, охлаждают, приливают 20 см<sup>3</sup> холодной дистиллированной воды, 2 капли  $\alpha$ - или  $\beta$ -динитрофенола. Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий все реактивы, кроме раствора пробы. Раствор в колбе осторожно по каплям нейтрализуют раствором аммиака 1:2 до появления слабо-желтого окрашивания. Затем по каплям приливают раствор соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> до исчезновения окраски и 3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Пипеткой приливают 10 см<sup>3</sup> раствора антразохрома и затем 16 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония или натрия. Раствор доводят до метки холодной водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность рас-

твора при  $\lambda=590$  нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм.

### 3.3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждая бюреткой отмеряют 3, 4, 5, 6, 8, 10, 12 см<sup>3</sup> раствора, содержащего 0,01 мг/см<sup>3</sup> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. В каждую колбу приливают 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina, 5 см<sup>3</sup> раствора фона, добавляют 2 капли  $\alpha$ - или  $\beta$ -динитрофенола, осторожно, по каплям нейтрализуют раствором аммиака (1 ÷ 2) до слабо-желтого окрашивания. Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий все реактивы, кроме стандартного раствора оксида алюминия. Затем в колбы добавляют по каплям раствор соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> до исчезновения желтой окраски и ее избыток 3 см<sup>3</sup>. Приливают пипеткой в каждую колбу по 10 см<sup>3</sup> раствора антразохрома и затем 15 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония или натрия. Раствор доводят до метки холодной водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при  $\lambda=590$  нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида алюминия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

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

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

$m$  — масса навески песка, г;

$V_3$  — объем аликвотной части анализируемого раствора, см<sup>3</sup>.

3.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,03 % при массовой доле оксида алюминия 0,05—0,5 % и 0,10 % — при массовой доле оксида алюминия свыше 0,5 % до 2 %.

## 4. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С АЛЮМИНОНОМ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ДО 0,5 %)

Сущность метода заключается в образовании розово-красного комплексного соединения алюминия с алюминоном в уксуснокислой среде при рН=5,0—6,0 и фотометрировании окрашенного раствора.

## С. 9 ГОСТ 22552.3—93

### 4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные технические по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более 0,01 г и пределом взвешивания 1000 г.

Гири Г-2—210, Г-4—1110 по ГОСТ 7328.

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 или спектрофотометр.

Посуда платиновая по ГОСТ 6563.

Бумага универсальная индикаторная.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) ос.ч. по НТД или х.ч. по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота аскорбиновая, раствор 2 моль/дм<sup>3</sup> (годен к употреблению в течение 5 суток).

Алюминон, раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (свежеприготовленному раствору дают отстояться 24 ч; годен к употреблению в течение 4 суток).

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Буферный раствор рН 5—6, приготовленный следующим образом: 6,8 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды, приливают 3 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и перемешивают.

Алюминий металлический по ГОСТ 13726.

Стандартные растворы оксида алюминия готовят по п. 3.2.

### 4.2. Проведение анализа

4.2.1. Масса навески песка в зависимости от массовой доли оксида алюминия указана в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Массовая доля окиси алюминия, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,01 до 0,02	1,0	Весь раствор
» 0,02 » 0,04	0,5	Весь раствор
» 0,04 » 0,10	0,5	40
» 0,10 » 0,30	0,5	20—10
» 0,30 » 0,50	0,1	40—20

4.2.2. Навеску песка помещают в платиновый тигель или чашку, прокаливают при 700—750 °С в течение 15—20 мин, охлаждают и

разлагают смесью серной и фтористоводородной кислоты, как указано в ГОСТ 22552.1.

К сухому остатку после удаления четырехфтористого кремния приливают 1 см<sup>3</sup> разбавленной 1:9 серной кислоты, горячей воды до объема 10—15 см<sup>3</sup> и кипятят до полного растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (при массовой доле оксида алюминия от 0,01 до 0,04 %).

4.2.3. К раствору по каплям приливают раствор едкого натра 1 моль/дм<sup>3</sup> до pH=5,0 (проверяют по универсальной индикаторной бумаге) и воды до объема 20 см<sup>3</sup>, затем пипеткой приливают 1,5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора алюминона, доливают буферным раствором до метки, перемешивают и помещают на 5 мин на водяную баню, нагретую до 90 °С. Охлаждают до комнатной температуры и оптическую плотность раствора измеряют через 25 мин, применяя зеленый светофильтр с областью светопропускания 536 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.2.4. Раствор, полученный по п. 4.2.2 (при массовой доле оксида алюминия от 0,04 до 0,5 %), доливают водой до метки и перемешивают. Затем отмеривают пипеткой аликвотную часть раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем аликвотной части раствора в зависимости от массовой доли оксида алюминия указан в табл. 2. Далее анализ продолжают, как указано в п. 4.2.3.

По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массовую долю оксида алюминия по градуировочному графику.

4.2.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16; 18 и 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 и 2,0 мг оксида алюминия; в одиннадцатую колбу стандартный раствор не помещают. Приливают в каждую колбу воду до объема 20 см<sup>3</sup> и пипеткой по 4,5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и по 2 см<sup>3</sup> раствора алюминона.

Раствором сравнения служит содержимое колбы, в которой стандартный раствор Б отсутствует.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности и из-

## С. 11 ГОСТ 22552.3—93

вестным содержаниям окиси алюминия строят градуировочный график.

### 4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю оксида алюминия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3 \cdot 1000},$$

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

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

$V_3$  — объем аликвотной части анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески песка, г.

4.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,005 %.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1
ГОСТ 199—78	3.1; 4.1
ГОСТ 3117—78	2.1; 3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 3760—79	2.1; 3.1
ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 4166—76	3.1
ГОСТ 4174—77	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4234—77	2.1
ГОСТ 5456—79	2.1; 3.1
ГОСТ 6563—75	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 7328—82	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 10398—76	2.2.1
ГОСТ 10484—78	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 13726—78	3.1; 4.1
ГОСТ 18300—87	3.1
ГОСТ 22552.0—77	Раздел 1
ГОСТ 22552.1—77	4.2.2
ГОСТ 24104—88	2.1; 3.1; 4.1