ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 19728.4-88—ГОСТ 19728.6-88, ГОСТ 19728.9—88, ГОСТ 19728.10—88, ГОСТ 19728.13—88, ГОСТ 19728.18—88, ГОСТ 19728.21—88

Издание официальное

Цена 10 коп. БЗ 1—88/14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 19728.4-88—ГОСТ 19728.6-88, ГОСТ 19728.9—88, ГОСТ 19728.10—88, ГОСТ 19728.13—88, ГОСТ 19728.18—88, ГОСТ 19728.21—88

Издание официальное

Москва—1988

УДК 622.354.3—492:546.723—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Методы определения оксида железа

Talc and talcomagnesite.
Methods for determination
of ferric oxide

ГОСТ
19728.4—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 фотометрический и комплексонометрический методы определения оксида железа (III) общего и оксида железа в солянокислом растворе после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1—74.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 19730—74.

1.2. Общие требования к методам определения оксида железа (III) — по ГОСТ 19728.0—74.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

(при массовой доле оксида железа (III) до 2 %)

2.1. Сущность метода заключается в образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная по ГОСТ 13474—79, обеспечивающая нагрев до 900°С.

Весы лабораторные 2-го класса точности, с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104—80.

Чашки или тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563—75.

Мешалка магнитная.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор концентрации 300 г/дм^3;

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76.

Борно-содовая смесь для сплавления, приготовленная тщательным растиранием двух частей безводного углекислого натрия и одной части тетраборнокислого натрия с добавлением 10 г растертого азотнокислого аммония на 100 г смеси. Смесь хранят в полиэтиленовой посуде.

Железа оксид (III) по ГОСТ 4173—77.

Стандартный раствор оксида железа (III), приготовленный следующим образом: 0,1 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 150 см^3, приливают 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см^3 полученного раствора содержится 0,1 мг оксида железа (III).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы талька или талькомагнезита массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или тигель, прибавляют 3 г борно-содовой смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают крышкой и сплавляют в муфельной печи при 850—900°С 10—15 мин.

Чашку (тигель) с плавом помещают в стакан, приливают 40 см^3 разбавленной 1 : 3 соляной кислоты и воды до покрытия чашки (тигеля) раствором и растворяют на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Для определения оксида железа (III) общего от полученного раствора или от раствора по ГОСТ 19728.3—74 и для определения оксида железа (III) в солянокислом растворе от раствора по ГОСТ 19728.1—74 отбирают аликвотную часть 10—25 см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и 5 см^3 в избыток. Раствор охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и в случае образования осадка фильтруют через сухой фильтр «красная лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания

400—450 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 10—20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности по градуировочному графику определяют массу оксида железа (III) в миллиграммах.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9 и 10 см³ стандартного раствора оксида железа, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 и 1,0 мг оксида железа (III). В каждую колбу приливают по 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствора аммиака до устойчивой желтой окраски и по 5 см³ в избыток.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 2.3.1. По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им массам оксида железа (III) в миллиграммах строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида железа (III) (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 железа (III), найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,05 % при массовой доле оксида железа (III) до 1,00 % и 0,1 % — при массовой доле оксида железа (III) свыше 1,0 %.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

(при массовой доле оксида железа (III) свыше 2 %)

3.1. Сущность метода заключается в образовании бесцветного комплекса трилона Б с ионами железа при pH 1. В качестве индикатора используют раствор сульфосалициловой кислоты.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 моль/дм³ и разбавленная 1 : 1.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор концентрации 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1.

Железа оксид (III) по ГОСТ 4173—73.

Стандартный раствор железа, приготовленный следующим образом: 2 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки и перемешивают.

В 1 см³ полученного раствора содержится 0,002 г оксида железа (III).

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,025 моль/дм³ раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

Массовую концентрацию трилона Б по оксиду железа (III) устанавливают по стандартному раствору оксида железа (III). Для этого в три конические колбы вместимостью по 250 см³ отбирают по 10 см³ стандартного раствора, приливают по 50 см³ воды, по 0,3—0,5 см³ сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую и сразу 5 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты. Раствор нагревают до 60—70°С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

Массовую концентрацию 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б *(С)* по оксиду железа в г/см³ вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot C_1}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора оксида железа, взятый для титрования, см³;

C_1 — массовая концентрация раствора оксида железа, г/см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Допускается применение трилона Б, приготовленного из стандарт-титра, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для определения оксида железа (III) общего от раствора (п. 2.3.1) или от раствора по ГОСТ 19728.3—74 отбирают аликвотную часть 50 см³ в коническую колбу вместимостью 250 см³. Приливают разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую, сразу же 5 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты.

Раствор нагревают до 60—70°С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

3.3.2. Для определения оксида железа (III) в солянокислом растворе после определения нерастворимого остатка от раствора по ГОСТ 19728.1—74 отбирают аликвотную часть 50 см³ в колбу вместимостью 250 см³, приливают 1 см³ азотной кислоты и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, приливают 0,3—0,5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида железа (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{C\cdot V\cdot V_1\cdot 100}{V_2\cdot m},$$

где C — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду железа (III), г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем исходного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,2 %.

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 19728.4—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	2.1.1
ГОСТ 3118—77	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 3760—79	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 4173—77	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 4199—76	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 4461—77	3.1.1
ГОСТ 4478—78	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 10652—73	3.1.1
ГОСТ 12083—78	2.1.1
ГОСТ 13474—79	2.1.1
ГОСТ 19728.0—74	1.1
ГОСТ 19728.1—74	2.2.1, 3.2.2
ГОСТ 19728.3—74	2.2.1, 3.2.1
ГОСТ 19730—74	1.1

gost.e-ecolog.ru