МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

## Определение оксида железа

Издание официальное

БЗ 1—2000/766

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 13 «Неметаллоруд»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол №19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. № 300-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.4—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 19728.4—88

© ИПК Издательство стандартов, 2001

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

Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Общие требования . . . . . 1
4 Фотометрический метод . . . . . 2
4.1 Сущность метода . . . . . 2
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . . 2
4.3 Подготовка к анализу . . . . . 2
4.4 Проведение анализа . . . . . 2
4.5 Обработка результатов . . . . . 3
5 Комплексонометрический метод . . . . . 3
5.1 Сущность метода . . . . . 3
5.2 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . . 3
5.3 Проведение анализа . . . . . 4
5.4 Обработка результатов . . . . . 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**Тальк и талькомагнезит**

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА

Talc and talcomagnesite.
Methods for determination of ferric oxide

**Дата введения 2002—03—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает два метода определения общего оксида железа (III) и оксида железа (III) в солянокислом растворе после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 197281:—

фотометрический — при массовой доле оксида железа (III) до 2 %; комплексонометрический — при массовой доле железа (III) более 2 %.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6365—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′— тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 19728.0—2001 Тальк и талькомагнезит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19728.1—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение нерастворимого в соляной кислоте остатка

ГОСТ 19728.3—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение оксида кремния (IV)

ГОСТ 19730—74 Тальк и талькомагнезит. Метод отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия

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 железа (III) — по ГОСТ 19728.0.

**Издание официальное**

## 4 Фотометрический метод

**4.1 Сущность метода**

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

**4.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Электропечь сопротивления камерная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до 900 °С.

Чашки или тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563.

Мешалка магнитная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Фотоэлектроколориметр.

Стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см³.

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

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 300 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199.

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.

Допускается использовать для сплавления борно-содовую смесь с соотношением углекислого натрия и тетраборнокислого натрия 4:1, что способствует ускорению выщелачивания плава без применения магнитной мешалки.

Железа оксид (III) по НД.

Стандартный раствор оксида железа (III), приготовленный следующим образом: 0,1 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 150 см³, приливают 50 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 водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного раствора содержит 0,1 мг оксида железа (III).

**4.3 Подготовка к анализу**

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

4.3.2 Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—450 нм, в кювете толщиной колориметрируемого слоя 10 — 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий железа.

Строят градуировочный график зависимости оптических плотностей растворов от соответствующих им масс оксида железа (III) в миллиграммах.

**4.4 Проведение анализа**

4.4.1 Навеску пробы талька, талькомагнезита или микроталька массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или тигель, прибавляют 3 г борно-содовой смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают крышкой и сплавляют 10 — 15 мин в электропечи при температуре (875± ± 25) °С.

Чашку (тигель) с плавом помещают в стакан, приливают 40 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты, затем воды, чтобы чашка (тигель) была покрыта раствором, и растворяют плав на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

4.4.2 Для определения общего оксида железа (III) от полученного раствора или от раствора после отделения кремниевой кислоты по ГОСТ 19728.3, а для определения оксида железа (III) в соляно-кислом растворе от раствора по ГОСТ 19728.1 отбирают аликвотную часть 10 — 25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и 5 см³ в избыток. Раствор охлаждают,

доливают водой до метки, перемешивают и в случае образования осадка фильтруют через сухой фильтр «красная лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Далее измеряют оптическую плотность раствора, как указано в 4.3

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

**4.5 Обработка результатов**

4.5.1 Массовую долю оксида железа (III) $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \qquad (1)$$

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.

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

## 5 Комплексонометрический метод (при массовой доле оксида железа (III) более 2 %)

**5.1 Сущность метода**

Сущность метода заключается в образовании бесцветного комплекса трилона Б с ионами железа при pH 1 — 1.5. В качестве индикатора используют раствор сульфосалициловой кислоты.

**5.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 1000 см³, 2000 см³.

Колбы конические, стаканы по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

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

Железа оксид (III) по НД.

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 водой до метки и перемешивают.

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

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,25 моль/дм³ раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

Массовую концентрацию трилона Б устанавливают по стандартному раствору оксида железа (III). Для этого в три конические колбы вместимостью 250 см³ отбирают по 10 см³ стандартного раствора оксида железа (III), приливают по 50 см³ воды, 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.

Концентрацию 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б по оксиду железа (III) $C$, г/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{V C_1}{V_1}, \qquad (2)$$

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

$C_1$ — концентрация оксида железа, г/см³;

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

Допускается применять трилон Б, приготовленный из стандарт-титра, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

**5.3 Проведение анализа**

5.3.1 Для определения общего оксида железа (III) от раствора, полученного по 4.4.1 или от раствора по ГОСТ 19728.3 отбирают аликвотную часть 50 см³ в коническую колбу вместимостью 250 см³. Приливают 0,3 — 0,5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, и по каплям 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.

5.3.2 Для определения оксида железа (III) в солянокислом растворе после определения нерастворимого остатка от раствора по ГОСТ 19728.1 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. 5.3.1.

**5.4 Обработка результатов**

5.4.1 Массовую долю оксида железа (III) $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C\,V\,V_1\,100}{V_2\,m}, \qquad (3)$$

где $C$ — 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 пробы, г.

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

УДК 622.354.3—492:546.723—31.06:006.354 МКС 73.080 А59 ОКСТУ 5709

Ключевые слова: тальк, талькомагнезит, микротальк, железа оксид, фотометрический, комплексонометрический методы определения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.08.2001. Подписано в печать 26.09.2001. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,63. Тираж экз. С 2138. Зак. 910.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru