Издание официальное

СССР — Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 879—52*
	ТАЛЬК МОЛОТЫЙ	Взамен ГОСТ 879—41
		Группа А57

Настоящий стандарт распространяется на продукт механического измельчения горной породы «талькит»—тальк молотый и на продукт механического обогащения горной породы «талькомагнезит»—тальк молотый флотированный, основным компонентом которых является минерал тальк, приближающийся по химическому составу к формуле:

$$4SiO_2 \cdot 3MgO \cdot H_2O$$

(SiO_2 — 63,5%; MgO — 31,7%; H_2O — 4,8%)

и применяющийся в различных отраслях промышленности в качестве основного сырья, наполнителя или минеральной добавки.

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандартов» № 12 1964 г.).

I. ВИДЫ ТАЛЬКА И НАЗНАЧЕНИЕ

1. Тальк молотый должен изготовляться следующих марок и сортов:

а) Тальк марки А: 1-го и 2-го сортов предназначается для бумажной, лакокрасочной и других отраслей промышленности.

б) Тальк марки Б: 1-го сорта резиновый потребляется как наполнитель в резиновой смеси; 2-го сорта резиновый предназначается для припудривания резины; 1-го сорта керамический—для более ответственных изделий керамической промышленности и для абразивной промышленности; 2-го сорта керамический—для менее ответственных изделий керамической промышленности.

в) Тальк марки В: 1-го сорта предназначается для промышленности инсектофунгисидов, в бумажной промышленности для производства цветных сортов бумаги, для литейной промышленности

Утвержден Управлением по стандартизации 7/X 1952 г.	Срок введения 1/XI 1952 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

и для ряда других отраслей промышленности; 2-го сорта применяется в кровельной, джутовой и в других отраслях промышленности.

г) Тальк медицинский предназначается для медицинских целей.

II. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2. Тальк молотый должен соответствовать следующим требованиям:

а) Марка А

Названия показателей	Сорт	
	1-й	2-й
Белизна в %, не менее	80	70
Прокаленный нерастворимый в соляной кислоте остаток в %, не менее	87	Не нормируется
Влажность в %, не более	0,5	0,5
Степень помола, остаток в %, не более:		
на сите № 008	4	Не нормируется
на сите № 0090	Не нормируется	2

б) Марка Б

Названия показателей	Сорт			
	1-й резиновый	2-й резиновый	1-й керамический	2-й керамический
Общее содержание железа в пересчете на Fe_2O_3 в %, не более	Не нормируется		6	8
Окислы железа, растворимые в соляной кислоте, в пересчете на Fe_2O_3 в %, не более	1,0	1,5	Не нормируется	
Магнитное притяжение в *г**, не более	0,5	1,0	2,0	5,0
(железо, извлекаемое магнитом, в %, не более)	(0,04)	(0,08)		
MgO в %, не менее	Не нормируется		28	27
CaO в %, не более	Не нормируется		0,5	0,8
Прокаленный нерастворимый в соляной кислоте остаток в %, не менее	90	87	Не нормируется	

* 1 *г* магнитного притяжения соответствует содержанию в тальке 0,08% металлического железа или 0,2% чистого магнетита.

Продолжение

Названия показателей	Сорт			
	1-й резиновый	2-й резиновый	1-й керамический	2-й керамический
Потеря при прокаливании в %, не более	6	8	6	8
Влажность в %, не более	0,5	0,5	1,0	1,0
Степень помола, остаток в %, не более:				
на сите № 0090	2	Не нормируется		
на сите № 014	0	0	2	2

в) Марка В

Названия показателей	Сорт	
	1-й	2-й
Прокаленный нерастворимый в соляной кислоте остаток в %, не менее	85	80
Влажность в %, не более	1,0	1,0
Степень помола, остаток в %, не более:		
на сите № 0090	2	10
на сите № 014	Не нормируется	2

г) Медицинский

Свойства: очень мелкий белый или слегка сероватый порошок, без блеска, запаха и вкуса, пристающий к коже, жирный и скользкий на ощупь. Почти нерастворим в воде, кислотах и других растворителях.

Реакция водной вытяжки—нейтральная.

Растворимость в воде—не более 0,1%.

Растворимость в соляной кислоте—не более 1%.

Содержание сернистых соединений—отсутствие.

Содержание железа—не более 0,5%.

Содержание мышьяка—отсутствие.

Потеря при прокаливании—5%.

Степень помола при просеивании 10 *г* талька сквозь сито № 0112—не должно получаться остатка.

Примечания:

1. В тальке марки А, предназначенном для кондитерской промышленности, содержание мышьяка допускается не более 0,0014%.
2. (Отменено — «Информ. указатель стандартов» № 12 1964 г.).
3. Сита—по ГОСТ 3584—53.

III. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3. Размер партии устанавливается в 200 мешков. Остаток более 100 мешков считается самостоятельной партией. Остаток до 100 мешков включительно присоединяется к партии.

4. От каждой партии отбирается 5% мешков, но не менее 10. От каждого отобранного мешка из разных точек при помощи щупа отбирают 1 *кг*.

5. Отобранные таким образом пробы тщательно смешивают вместе и после квартования отбирают две пробы, весом не менее 1 *кг* каждая. Одну из этих проб передают в лабораторию для испытания, а другую, опечатанную печатью завода, хранят в лаборатории завода в течение двух месяцев на случай возможных повторных испытаний.

6. На банках должны быть наклеены этикетки с обозначением: а) номера партии; б) марки и сорта; в) номера вагона и железнодорожной накладной; г) даты отбора пробы и номера анализа из журнала химической лаборатории завода; д) фамилии лиц, производивших отбор проб и анализы их в заводской лаборатории.

К банкам прикладывается копия документа (п. 23).

7. Определение белизны талька. Белизна талька определяется при помощи фотометра любой конструкции путем сравнения с белизной баритовой пластинки, белизна которой принимается соответствующей 100% белого цвета.

8. По соглашению сторон определение белизны может производиться путем сравнения невооруженным глазом испытываемого образца со шкалой эталонных пластинок, расположенных по мере уменьшения белизны. Для этого берется на кончике ножа тальк от средней пробы, последовательно высыпается на середину пластинок эталонов (начиная с более светлых) и уплотняется нажатием стеклянной пластинкой. Путем сравнения определяют белизну двух соседних пластинок шкалы эталонов, между которыми находится белизна исследуемого талька.

Установленные эталоны хранятся у поставщика и потребителя и действительны на срок действия настоящего стандарта. Кроме того, контрольные эталоны хранятся во Всесоюзном институте минерального сырья.

9. Определение реакции водной вытяжки и растворимости в воде медицинского талька. 10 *г* порошка талька кипятят в течение получаса с 50 *мл* воды при постоянном прибавлении последней для сохранения первоначального объема и фильтруют. Фильтрат должен иметь нейтральную реакцию.

25 *мл* фильтрата, выпаренные и высушенные при 100—105° С, должны оставлять не более 0,1% остатка (растворимые в воде вещества).

10. Определение прокаленного нерастворимого в соляной кислоте остатка.

Навеску около 1 *г* порошка талька, взвешенную с точностью до 0,0002 *г*, переносят в стакан емкостью 250—300 *мл*, обливают приблизительно 150 *мл* раствора соляной кислоты (уд. в. 1,05) и обрабатывают в течение 1 *ч* на сильно кипящей водяной бане при частом помешивании стеклянной палочкой. По истечении этого времени стакан снимают с водяной бани, добавляют горячей водой до первоначального объема жидкости, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и горячую жидкость фильтруют через беззольный фильтр (фильтрат хранят для определения содержания окислов железа, см. п. 16). Нерастворимый остаток тщательно смывают из стакана на фильтр горячей водой, подкисленной соляной кислотой. Затем остаток из фильтра промывают 5—6 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой. Осадок вместе с фильтром переносят в предварительно взвешенный платиновый тигель, высушивают в термостате, сжигают фильтр и прокаливают остаток до постоянного веса.

Процентное содержание прокаленного нерастворимого остатка (A) вычисляется по формуле:

$$A = \frac{a}{b} \cdot 100,$$

где:

a — вес остатка после прокаливания в *г*;

b — навеска в *г*.

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандартов» № 12 1964 г.).

11. Для медицинского талька, вместо определения прокаленного нерастворимого в соляной кислоте остатка, должна определяться растворимость в соляной кислоте следующим образом: 1,5 *г* порошка талька смешивают с 30 *мл* разведенной соляной кислоты (уд. в. 1,040—1,042), нагревают на водяной бане в течение 15 *мин*, сохраняя первоначальный объем прибавлением воды, и по охлаждении фильтруют.

10 *мл* фильтрата при выпаривании и дальнейшем прокаливании не должны оставлять более 1% остатка (растворимые в соляной кислоте вещества).

12. Определение потери в весе при прокаливании. Навеску около 1 *г* талька, взвешенную с точностью до 0,0002 *г*, помещают в предварительно взвешенный платиновый тигель и прокаливают до постоянного веса. Потеря в весе при прокаливании в процентах (B) вычисляется по формуле:

$$B = \frac{c - d}{b} \cdot 100,$$

где:

c — вес тигля с навеской талька до прокаливания в *г*;

d — вес тигля с остатком после прокаливания в *г*;

b — навеска в *г*.

13. Определение влажности. Навеску от средней пробы молотого талька (растертой в агатовой ступке) около 1 *г*, взвешенную с точностью до 0,0002 *г*, помещают в стаканчик и сушат в течение 1 *ч* в сушильном шкафу при температуре 130°С. После охлаждения в эксикаторе в продолжение 20 *мин* стаканчик взвешивают.

Операцию просушки и взвешивания стаканчика с пробой молотого талька повторяют до получения постоянного веса.

Процентное содержание влаги (C) вычисляется по формуле:

$$C = \frac{e-f}{b} \cdot 100,$$

где:

e — вес стаканчика с навеской талька до высушивания в *г*;

f — вес стаканчика с навеской после высушивания в *г*;

b — навеска в *г*.

14. Определение качества помола. Навеску 100 *г*, взвешенную на технических весах с точностью до 0,1 *г*, помещают в фарфоровую чашку и заливают дистиллированной водой. После 20-минутного выстаивания тальк растирают в чашке жесткой волосяной кистью и взмученную в воде суспензию сливают из чашки на соответствующее сито.

Для облегчения прохождения суспензии талька сквозь сито последнее промывают опусканием его в воду, налитую в плоскую фарфоровую чашку. Операцию взмучивания талька в фарфоровой чашке и пропускания взмученной в воде суспензии сквозь сито повторяют до тех пор, пока последняя порция прибавленной в чашку воды, при взбалтывании ее кистью, будет оставаться совершенно прозрачной.

После этого остающиеся в чашке грубые частички смывают на сито, которое промывают несколько раз указанным выше способом. Промывание остатка на сите заканчивают после того, как промывная вода перестанет мутиться при опускании в нее сита. Остаток на сите высушивают при температуре 105—110°С в течение 1,5 *ч*, после чего его переносят на часовое стекло и взвешивают с точностью до 0,01 *г*.

Процентное содержание остатка (D) вычисляют по формуле:

$$D = \frac{g}{b} \cdot 100.$$

где:

g — вес остатка в *г*;

b — навеска в *г*.

15. Определение общего содержания железа в пересчете на Fe_2O_3 и содержания окисей кальция и магния. Взвешенную с точностью до 0,0002 *г* навеску 0,8—1,0 *г* тщательно измельченного талька сплавляют в платиновом тигле с 6—8-кратным количеством соды. Сплав после охлаждения переносят в фарфоровую чашку, остаток в тигле смывают в чашку вначале горячей водой, а под конец 1 н соляной кислотой. Сплав в чашке, покрытой часовым стеклом, разлагают осторожным прибавлением избытка соляной кислоты (уд. в. 1,19, разбавленной 1:1). Для окисления железа прибавляют 2—3 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,4). Затем чашку ставят на водяную баню и, после того как раствор нагрелся, снимают с чашки часовое стекло и обмывают его дистиллированной водой. Раствор выпаривают досуха, соли растирают стеклянным пестиком и продолжают нагревать на водяной бане еще 2 *ч*. После этого снимают чашку с бани, дают охладиться, прибавляют 5 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), дают стоять 10—15 *мин*, прибавляют 50 *мл* горячей воды и ставят на кипящую водяную баню на 10—20 *мин*. Выделившуюся кремневую кислоту отфильтровывают, промывают на фильтре горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора в промывных водах (проба с раствором азотнокислого серебра), а фильтрат переносят в фарфоровую чашку, в которой производилось первое выделение кремневой кислоты, и снова выделяют кремневую кислоту, как указано выше.

После второго выделения кремневой кислоты фильтрат (объем которого обычно равен 150—200 *мл*) нагревают до кипения и осаждают полуторные окислы раствором аммиака (индикатор—метиловый красный).

После осаждения полуторных окислов стакан ставят на кипящую водяную баню на 10—15 *мин* для полной коагуляции осадка и отфильтровывают полуторные окислы, промывая их на фильтре 2—3 раза 2%-ным раствором хлористого аммония.

Осадок с фильтра смывают водой в стакан, в котором производилось осаждение, растворяют гидраты полуторных окислов прибавлением 5 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19) и промывают фильтр горячей соляной кислотой 1:9. Раствор разбавляют водой до объема 100 *мл*, нагревают до кипения и снова осаждают раствором аммиака полуторные окислы. Фильтруют и промывают осадок на фильтре 2%-ным раствором (горячим) хлористого аммония 10—15 раз.

Фильтраты после первого и второго осаждения употребляют для определения окисей кальция и магния.

Осадок полуторных окислов смывают горячей водой в стакан, где производилось осаждение полуторных окислов, фильтр промывают горячей соляной кислотой (уд. в. 1,19, разбавленной 1:9), собирая фильтрат в тот же стакан; промывание продолжают до от-

рицательной реакции на ион железа в промывных водах (проба с раствором роданистого аммония).

а) *Определение общего содержания железа в пересчете на окись* (Fe_2O_3). В полученном растворе определяют содержание железа по следующему методу. Прибавляют к нему 10 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), концентрируют выпариванием до объема 25—30 *мл*, нагревают раствор до кипения, приливают к нему по каплям, при постоянном помешивании, раствор хлористого олова до полного обесцвечивания раствора, избегая прибавления значительного избытка хлористого олова. Обесцвеченный раствор переносят в коническую колбу емкостью 750 *мл*, охлаждают, разбавляют водой до 100 *мл*, прибавляют 10 *мл* насыщенного растьора сулемы и дают стоять около 5 *мин*. После этого прибавляют к раствору 10—15 *мл* нижеуказанной смеси, разбавляют раствор водой до объема 400 *мл* и титруют 0,1 н раствором перманганата калия до розового окрашивания.

Общее процентное содержание железа (E) вычисляют по формуле:

$$E = \frac{a \cdot T \cdot 100}{H},$$

где:

a — объем 0,1 н раствора перманганата, пошедший на титрование, в *мл*;

T — титр 0,1 н раствора перманганата в пересчете на окислы железа;

H — навеска в *г*.

Необходимые реактивы:

1) Хлористое олово. 250 *г* хлористого олова растворяют в 200 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19) и разбавляют до объема 2 *л* водой.

2) Смесь. 67 *г* кристаллического сернокислого марганца растворяют в 500—600 *мл* воды, прибавляют 138 *мл* фосфорной кислоты (уд. в. 1,7) и 130 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84) и доводят до объема 1 *л* водой.

б) *Определение окиси кальция.* Объединенные фильтраты после отделения полуторных окислов (см. п. 15) подкисляют соляной кислотой, упаривают до объема 80—90 *мл*, прибавляют несколько капель раствора аммиака до слабощелочной реакции (индикатор —красный метиловый). После этого приливают 12 *мл* 1 н уксусной кислоты, нагревают раствор до кипения и прибавляют 30—40 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония, нагретого до кипения. По истечении 24 *ч* фильтруют выпавший осадок щавелевокислого кальция через фильтр с синей лентой и промывают на фильтре 3—5 раз холодной водой, содержащей немного щавелевокислого аммония. Осадок на фильтре растворяют в горячей соля-

ной кислоте (уд. в. 1,19, разбавленной 1:9), собирая фильтрат в тот же стакан, в котором производилось первое осаждение щавелевокислого кальция, и переосаждают кальций следующим образом. Раствор, содержащий кальций, объем которого должен быть не более 50 *мл*, нейтрализуют аммиаком до слабощелочной реакции, вводят 1—2 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), нагревают до кипения, прибавляют 3,5 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония, нагретого до кипения, и несколько капель раствора аммиака до слабощелочной реакции; через 4—6 *ч* выпавший осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают, промывают на фильтре 10—12 раз 0,1%-ным раствором щавелевокислого аммония и переносят осадок вместе с фильтром в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, фильтр осторожно озоляют и прокаливают осадок сначала осторожно, а под конец— на паяльной горелке.

Взвешивание тигля с осадком окиси кальция следует производить в стаканчике с пришлифованной крышкой, вес которого (вместе с тиглем) определен заранее. Прокаливание и взвешивание повторяют до получения постоянного веса.

Процентное содержание окиси кальция (F) вычисляют по формуле:

$$F = \frac{a}{H} \cdot 100,$$

где:

a — вес осадка в *г*;
H — навеска в *г*.

в) *Определение окиси магния.* Объединенные фильтраты после первого и второго осаждения кальция переносят в мерную колбу емкостью 500 *мл*, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

Для определения окиси магния берут пипеткой 50—100 *мл* этого раствора, переносят в стакан емкостью 200 *мл* и прибавляют 25—30 *мл* 15%-ного раствора двузамещенного фосфорно-кислого натрия и 15—25 *мл* концентрированного (25%) раствора аммиака, который вводится по каплям при постоянном перемешивании раствора.

Через 12 *ч* раствор перемешивают и осадок фосфорнокислого аммония-магния после отстаивания отфильтровывают, промывают 2—3 раза 2,5%-ным раствором аммиака, растворяют осадок на фильтре в небольшом количестве горячей соляной кислоты (уд. в. 1,19, разбавленной 1:9), собирая раствор в стакан, в котором производилось первое осаждение, и промывают фильтр горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора в промывных водах (проба с подкисленным раствором азотнокислого серебра). Раствор (объем которого обычно равен около 100 *мл*) охлаждают, прибавляют 1—2 *мл*

15%-ного раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия и раствор аммиака, вводя последний по каплям до явно щелочной реакции, при непрерывном перемешивании раствора.

Дают раствору стоять 10—15 *мин*, затем прибавляют по каплям при перемешивании 10—15 *мл* 25%-ного раствора аммиака.

Через 4—6 *ч* осадок отфильтровывают, промывают на фильтре 2,5%-ным раствором аммиака до отрицательной реакции на ион хлора в промывных водах (проба с подкисленным раствором азотнокислого серебра).

Осадок вместе с фильтром переносят в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый или платиновый тигель, смачивают несколькими каплями насыщенного раствора азотнокислого аммония, осторожно озоляют, прокаливают остаток при высокой температуре до постоянного веса и взвешивают.

Процентное содержание окиси магния (G) вычисляют по формуле:

$$G = \frac{a \cdot 0{,}3621}{H} \cdot 100,$$

где:

a — вес прокаленного остатка пирофосфорнокислого магния в *г*;

0,3621 — коэффициент для пересчета пирофосфорнокислого магния на окись магния;

H — навеска в *г* ($^1/_5$ или $^1/_{10}$ общей навески талька).

16. Определение количества окислов железа, растворимых в соляной кислоте, в пересчете на Fe_2O_3. Фильтрат после обработки талька соляной кислотой (см. п. 10), соединенный с промывными водами, нагревают до кипения, прибавляют 1—2 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,4), кипятят несколько минут, охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 250 *мл* и доводят его объем водой до метки.

Для определения окиси железа из мерной колбы берут 50 *мл* фильтрата, вливают в мерную колбу емкостью 100 *мл*, прибавляют 5—10 *мл* 30%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и раствор аммиака до неизменяющейся желтой окраски (избыток аммиака не вредит). В случае выпадения гидратов окисей прибавляют раствор сульфосалициловой кислоты до их растворения и снова раствор аммиака. После этого доводят объем раствора водой до метки.

Окраска, даваемая сульфосалициловой кислотой с солями железа в аммиачной среде, не изменяется на свету в течение нескольких месяцев. Поэтому раз приготовленные стандартные растворы могут служить для многих определений. Для приготовления берут из бюретки в мерную колбу емкостью 100 *мл* требуемое количество стандартного раствора соли железа, приготовление которого

описано ниже, прибавляют 5 *мл* 30%-ного раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до неизменяющейся желтой окраски и доводят объем раствора водой до метки. Полученные растворы помещают в пробирки бесцветного стекла одинакового диаметра, которые запаивают или закрывают корковыми парафинированными пробками.

Испытуемые растворы для колориметрического определения помещают в точно такие же пробирки и сравнивают их окраски с окрасками стандартных растворов.

Процентное содержание окиси железа (H) вычисляют по формуле:

$$H = \frac{a \cdot b \cdot 5}{p} \cdot 100,$$

где:

a — объем стандартного раствора железных квасцов, взятый для определения, в *мл*;

b — титр стандартного раствора в пересчете на окись железа в *г* на 1 *мл*;

p — навеска высушенного при 105—110°С талька молотого в *г*.

Примечания:

1. Для приготовления стандартного раствора соли железа растворяют в воде 0,604 *г* химически чистых железоаммонийных квасцов, прибавляют 5 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84) и доводят объем раствора водой до 1 *л* (в мерной колбе емкостью 1 *л*). 1 *мл* полученного раствора соответствует 0,0001 *г* Fe_2O_3.

2. Сульфосалициловая кислота иногда содержит следы железа, и раствор ее при прибавлении избытка аммиака дает заметную окраску. В этом случае к испытуемому и стандартному растворам прибавляют при помощи пипетки или бюретки одинаковое количество раствора сульфосалициловой кислоты.

3. В случае сомнения в чистоте железоаммонийных квасцов их измельчают, тщательно перемешивают, берут навеску для приготовления стандартного раствора (как указано выше) и, кроме того, еще две навески по 0,604 *г*. Последние две навески помещают в стаканы, растворяют каждую в 25 *мл* воды, прибавляют по 10 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), нагревают до кипения, восстанавливают хлористым оловом и производят определение окиси железа, как указано выше.

4. Применяемые азотная и соляная кислоты предварительно должны быть проверены на содержание железа. В случае заметного содержания его производят определение (глухой опыт) с теми же количествами реактивов, как при проведении анализа, и полученную поправку учитывают при вычислении.

17. В медицинском тальке содержание железа определяют нижеописанным методом, при помощи эталонного раствора, приготовленного следующим образом.

В мерной колбе емкостью 100 *мл* растворяют такое количество железоаммонийных квасцов (по ГОСТ 4205—48), чтобы получился 0,1% раствора железа. Раствор подкисляют 1 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,12) и доводят водой до метки (раствор *А*).

15 *мл* раствора *А* разводят водой до 500 *мл* (раствор *Б*).

10 *мл* раствора *Б* разводят водой до 100 *мл* (раствор *В*).

1 *мл* раствора *В* содержит 0,003 *мг* железа или 0,0003%.

Раствор *В* пригоден в день его приготовления.

Сущность метода заключается в том, что растворы солей трехвалентного железа, в зависимости от концентрации, дают с растворами железистосинеродистого калия (желтой кровяной соли) либо синий осадок, либо синий или голубой растворы берлинской лазури.

Предельная чувствительность реакции 0,0005 *мг* железо-3-иона в 1 *мл* раствора. 0,003 *мг* железа-3-иона в 1 *мл* раствора (0,0003%) дают при этой реакции ясное голубое окрашивание.

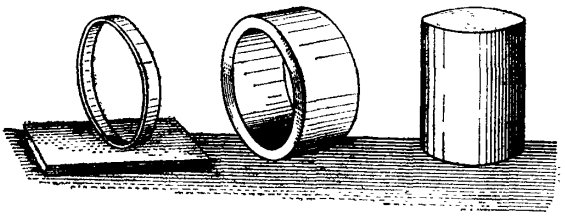
Определение железа и проверка наличия сернистых соединений производятся следующим образом.

0,6 *г* порошка талька обливают разведенной соляной кислотой (уд. в. 1,040—1,042) и нагревают до кипения, накрыв колбу бумажкой, смоченной раствором уксуснокислого свинца. При этом бумажка не должна темнеть в течение часа, что указывает на отсутствие сернистых соединений. Нерастворившийся остаток отфильтровывают, а фильтрат разводят водой до 100 *мл*. 1 *мл* раствора доводят водой до 10 *мл*, прибавляют к фильтрату 0,2 *мл* (4—5 капель) раствора железистосинеродистого калия и через 5 *мин* сравнивают с эталонным раствором, состоящим из 10 *мл* 0,0003%-ного раствора железо-3-иона, к которому прибавлено по 0,2 *мл* разведенной соляной кислоты и раствора железосинеродистого калия. Окрашивание, наступившее в испытуемом растворе, не должно быть более интенсивным, чем в эталонном растворе.

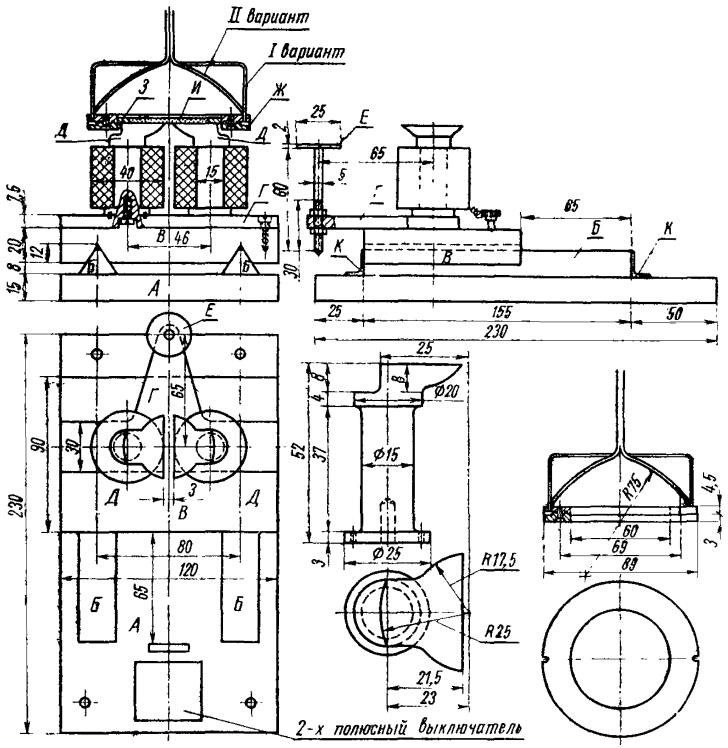
18. Определение магнитных фракций железа (магнитное притяжение). Взвешивают навеску исследуемого талька на технических весах с точностью 0,01 *г* в количестве 9,5 *г* и запрессовывают под давлением 660 *кг* (52,5 *кг/см*^{2}) в эбонитовое или латунное кольцо, имеющее следующие размеры: внутренний диаметр—40 *мм*, наружный диаметр—44 *мм*, высота—4 *мм*. Запрессовка талька в кольцо производится посредством латунных матриц и пуансона, изображенных на черт. 1.

Запрессованный в кольцо *3* тальк *И* помещают на эбонитовую чашку *Ж* весов (черт. 2) с дном из тонкой алюминиевой фольги. Под диамагнитной чашкой весов устанавливается электромагнит *Д—Д* с укрепленным на консоли латунным упорным диском *Е*. Междужелезное пространство полюсов электромагнита имеет размер точно 3 *мм*. Электромагнит монтирован на деревянной платформочке *В*, покоящейся на двух деревянных призмах *Б*, укрепленных на деревянной платформе *А*. Последняя снабжена тремя установочными винтами, не показанными на черт. 2.

Электромагниты имеют две параллельно соединенные катушки, с числом витков 1750 каждая. Толщина проволоки 0,17 *мм*. Питание электромагнитов производится от сети постоянного тока на-



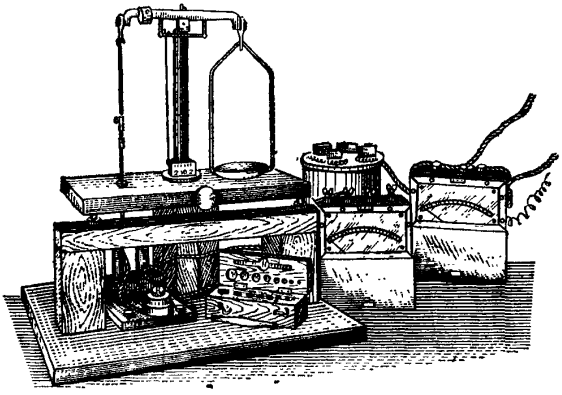
Черт. 1



Черт. 2

пряжением 50—60 *в*. В электрическую цепь включается миллиамперметр и реостат. Общий вид всей установки дает черт. 3.

Под диамагнитную чашку с исследуемым тальком подводят упорный диск *Е* и наложением грузов на другую чашку весов последние приводят в равновесие. Затем под диамагнитную чашку перемещением платформочки *В* по призмам подводят электромагнит. Посредством установочных винтов платформы *А* верхнюю опорную плоскость полюсов электромагнита приводят в положе-



Черт. 3

ние, строго параллельное нижней плоскости алюминиевого дна диамагнитной чашки, после чего катушки электромагнита присоединяют к сети постоянного электрического тока напряжением 50—60 *в*. Посредством реостата устанавливают суммарную силу тока в катушках (по показанию миллиамперметра), определяемую предварительно для каждого прибора указанным ниже способом.

Если тальк содержит магнитные примеси, то сила магнитного притяжения его к полюсам электромагнита выведет весы из равновесия, и для отрыва диамагнитной чашки от полюсов на противоположную чашку надо положить добавочный груз, который и является характеристикой содержания магнитных фракций (железа) в тальке. Добавочный груз надо накладывать постепенно и осторожно мелкими разновесками, чтобы динамическое действие накладываемых разновесок было ничтожно. Добавочный груз определяется с точностью до 0,1 *г*.

Необходимая для каждого отдельного прибора сила тока устанавливается при посредстве эталона, состоящего из диамагнитного минерального порошка уд. в. 2,6—2,8, в который введено 0,4% пылевидного осажденного металлического железа.

Отвешивают 9,5 *г* эталона, которые запрессовывают описанным выше способом в эбонитовое или латунное кольцо, и устанавливают на диамагнитную чашку весов. После уравновешивания коромысла весов под диамагнитную чашку устанавливают магнит, включают ток при выключенном реостате, устанавливают на другой чашке добавочный груз в 5 *г*, включая в цепь сопротивления реостата, постепенно уменьшают силу тока в катушках электромагнита.

Сила тока, при которой происходит отрыв диамагнитной чашки от полюсов магнита, и является той силой тока, которая должна устанавливаться при определении магнитных фракций железа в тальке на данном приборе.

Проверку этой силы тока необходимо производить не реже двух раз в месяц.

19. Определение мышьяка

Реактивы и приборы, необходимые для определения

1) *Стандартный раствор трехвалентного мышьяка.* 0,132 *г* химически чистого мышьяковистого ангидрида (As_2O_3) растворяют в минимальном количестве концентрированного раствора едкого кали, разбавляют водой, прибавляют 10 *мл* концентрированной серной кислоты (уд. в. 1,84), нагревают до появления густых белых паров (образующихся при разложении серной кислоты), дают охладиться, прибавляют 0,1 *г* сернокислого гидразина, снова нагревают до появления «паров серной кислоты» и продолжают нагревание еще 20—30 *мин.* После охлаждения разбавляют водой, переливают в мерную колбу емкостью 1 *л* и объем доводят водой до метки. От этого раствора берут пипеткой 100 *мл*, переносят в другую колбу емкостью 1 *л* и добавляют серной кислоты (уд. в. 1,84, разбавленной 1:8 по объему) до метки. Последний раствор содержит 0,01 *мг* мышьяка в 1 *мл* и служит для получения стандартных окрасок. Титр раствора при хранении изменяется.

2) *Раствор железных квасцов или хлорного железа* в серной кислоте (уд. в. 1,84, разбавленной 1:9 по объему), содержащий 0,1 *г* окиси железа в 2 *мл* раствора.

3) *Растворы уксуснокислого свинца:*

1%-ный раствор: 1 *г* уксуснокислого свинца растворяют в воде, прибавляют уксусной кислоты до получения прозрачного раствора и разводят водой до 100 *мл;*

5%-ный раствор: 5 *г* уксуснокислого свинца растворяют по предыдущему и разводят водой до 100 *мл.*

4) Серная кислота (уд. в. 1,84 разбавленная 1:9 по объему).

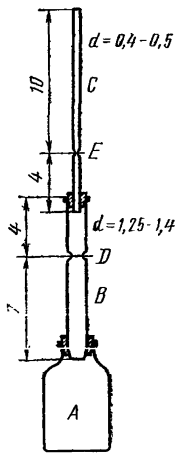
5) *Цинк, не содержащий мышьяка, в палочках или гранулированный.* Кусочки цинка обрабатывают соляной кислотой (уд. в. 1,19), разбавленной 1:2 в течение 3 *мин*, на холоду для очистки

новерхности, промывают водой и хранят под водой. Для получения правильных результатов необходимо применять цинк из одной и той же партии его как для испытуемого раствора, так и для приготовления стандартных окрасок.

6) *Хлористое олово.* 250 *г* хлористого олова растворяют в 100 *мл* концентрированной соляной кислоты (уд. в. 1,19) и раствор разбавляют водой до объема 1 *л*.

7) *Бумага, пропитанная уксуснокислым свинцом.* Пропитывают листы фильтровальной бумаги 1%-ным раствором уксуснокислого свинца, сушат, разрезают на полоски размером 5×8 *см* и каждую полоску собирают в складки, параллельные короткой стороне, при расстоянии между складками около 10 *мм*.

8) *Бумага, пропитанная бромной ртутью.* Продажную $HgBr_2$ очищают возгонкой, поместив ее в фарфоровую чашку и накрыв часовым стеклом или воронкой. Возгонку ведут при осторожном нагревании в вытяжном шкафу. При отсутствии продажной $HgBr_2$ ее приготовляют следующим образом. Наливают в фарфоровую чашку металлическую ртуть, обливают водой и прибавляют по каплям бром до тех пор, пока вся ртуть в чашке не прореагирует с ним. Полученный раствор нагревают, фильтруют горячим, дают выкристаллизоваться бромной ртути, перекристаллизовывают ее еще раз из горячего водного раствора, высушивают при комнатной температуре и возгоняют. Из полученного препарата $HgBr_2$ готовят 5%-ный спиртовый раствор, которым пропитывают лист фильтровальной бумаги, имеющий равномерную толщину. После пропитывания бумагу высушивают на воздухе, повесив за 2 угла; края листа бумаги шириной 3 *см* отрезают, а оставшийся кусок разрезают на полоски 6×10 *см*, которые хранят в темной банке. Перед употреблением их разрезают на полоски 0,4×10 *см*. Ширина должна быть точно соблюдена.



Черт. 4

9) *Прибор для определения мышьяка* состоит из следующих частей (черт. 4).

A — широкогорлая склянка емкостью около 60 *мл*; *B* — стеклянная трубка длиной 11 *см*, внутренним диаметром 1,25—1,40 *см*, имеющая сужение *D* на расстоянии 4 *см* от верхнего края. Верхний край слегка расширен (для приема пробки), а нижний несколько загнут внутрь (на 2—3 *мм*) для удержания бумаги, пропитанной уксуснокислым свинцом, на месте. *C* — стеклянная трубка длиной 14 *см*, внутренним диаметром 0,4—0,5 *см* (не более),

имеющая сужение *Е* (равное половине ее диаметра) на расстоянии 4 *см* от нижнего края, который несколько расширен. Диаметр отверстия и верхнего края не должен быть уменьшен оплавкой.

Части прибора соединяются с помощью каучуковых пробок, как указано на чертеже. Высота всех склянок, а также размеры других частей прибора должны быть одинаковыми как в случае определений, так и в случае приготовления стандартных окрасок.

Перед проведением определения в верхнюю часть трубки *В* помещается нарезанная стеклянная вата рыхлым комком (но без просветов) и смачивается не слишком обильно 5%-ным раствором уксуснокислого свинца (раствор *3*). В нижнюю часть трубки *В* вкладывается сложенная складками бумага, пропитанная уксуснокислым свинцом (реактив *7*). В трубку *С* вставляется до сужения *Е* полоска бумаги, пропитанная бромной ртутью (реактив *8*), после чего трубки *В* и *С* соединяются при помощи каучуковой пробки. Зарядка трубок меняется после каждого определения.

Приготовление стандартной шкалы окрасок

В склянки приборов наливают последовательно 2, 4, 6, 7, 8 и 10 *мл* свежеприготовленного стандартного раствора, по 2 *мл* раствора соли железа (раствор *2*) и дополняют до объема 50 *мл* серной кислотой 1:9 (раствор *4*); склянки с растворами ставят в ванну с водой, имеющей температуру 30°С. Через 15—20 *мин* в каждую склянку прибавляют по 30 капель раствора хлористого олова (раствор *6*), затем по 3,5 *г* металлического цинка (реактив *5*); закрывают заряженной насадкой и оставляют в ванне на 2 *ч*, защитив от действия света и время от времени перемешивая содержимое кругообразным движением прибора.

По истечении указанного времени, вынимают бумажные полоски из верхних трубок приборов, погружают на короткое время окрашенной частью в расплавленный парафин, наклеивают на лист белой бумаги и хранят в тетради или папке. Приготовленная таким образом стандартная шкала окрасок сохраняется несколько месяцев при хранении в темном и сухом месте.

Ход анализа

Тальк в количестве 20 *г* помещают в стакан емкостью 300 *мл*, прибавляют 60 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,4), нагревают до кипения и кипятят в течение получаса. Затем выпаривают до половины объема, разбавляют 40—50 *мл* горячей воды, дают несколько отстояться и отфильтровывают нерастворимый остаток. Промывают несколько раз водой, прибавляют к фильтрату 22 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84), выпаривают на песчаной бане до появления густых белых паров (образующихся при разложении серной кислоты), продолжают нагревание в течение 10—15 *мин*, охлаждают, прибавляют несколько миллилитров холодной воды, перемешивают, снова выпаривают до появления паров и продолжают нагревание в течение 5—10 *мин*. После охлаждения прибавляют 0,5 *г*

сернокислого гидразина, нагревают до появления густых паров и продолжают нагревание в течение 20 *мин*. Снова охлаждают, разбавляют 100 *мл* воды, нагревают до растворения солей, переводят в мерную колбу емкостью 200 *мл* и добавляют воды до метки. Отсюда берут пипеткой 50 *мл*, переносят их в склянку прибора, прибавляют 2 *мл* раствора соли железа (раствор *2*) и ставят склянку в ванну с водой, имеющей температуру 30°С. Через 15—20 *мин* прибавляют 30 капель раствора хлористого олова (раствор *6*), затем 3,5 *г* металлического цинка (реактив *5*), закрывают заряженной насадкой и оставляют в ванне на 2 *ч*, защитив от действия света и время от времени перемешивая содержимое кругообразным движением прибора. По истечении указанного времени вынимают бумажную полоску из верхней трубки прибора, погружают на короткое время в расплавленный парафин, сравнивают со стандартной шкалой окрасок и по таблице (см. ниже) определяют процентное содержание мышьяка.

Если высота окраски выходит за пределы указанной шкалы, определение повторяют с меньшим количеством раствора, например с 25 или 10 *мл*, добавляют до 50 *мл* серной кислоты (раствор *4*). В случае близости полученных результатов к предельному допустимому содержанию мышьяка (0,0014%) проводят еще два определения в пробах из того же раствора и из полученных данных выводят среднее.

Применяемая серная кислота не должна содержать мышьяка. В этом убеждаются, проводя глухой опыт в тех же условиях. Соответственно взятым объемам стандартного раствора процентное содержание мышьяка при навеске в 20 *г* (в 200 *мл* раствора) будет следующим:

Объем стандартного раствора в мл		2	4	6	7	8	10
Количество As в мг		0,02	0,04	0,06	0,07	0,08	0,10
Процентное содержание As, если из 200 *мл* раствора взято:	40 *мл*	0,0004	0,0008	0,0012	0,0014	0,0016	0,0020
	25 *мл*	0,0008	0,0016	0,0024	0,0028	0,0032	0,0040
	10 *мл*	0,0020	0,0040	0,006	0,0070	0,008	0,0100

20. В медицинском тальке отсутствие мышьяка проверяют нижеописанным методом при помощи реактива, приготовленного следующим образом.

Навеску 20 *г* фосфорноватистокислого натрия ($NaH_2PO_2 \cdot H_2O$) ($M = 106{,}01$) растворяют в 40 *мл* воды. Раствор вливают в 180 *мл* соляной кислоты (ГОСТ 3118—67) и оставляют на 24 *ч*. По осаж-

дении выделившихся кристаллов хлористого натрия жидкость сливают с осадка. Раствор должен быть бесцветным. Его сохраняют в склянке с притертой пробкой. Вместо фосфорноватистокислого натрия можно употреблять фосфорноватистокислый кальций в том же количестве.

Сущность метода заключается в том, что соединения мышьяка под действием фосфорноватистой кислоты в присутствии соляной кислоты при нагревании восстанавливаются до металлического мышьяка и, в зависимости от концентрации, дают бурое окрашивание или бурый осадок.

Предельная чувствительность реакции 0,01 *мг* мышьяка в 10 *мл* реакционной смеси (0,0001%). Если во взятой навеске препарата содержится 0,01 *мг* мышьяка, то при испытании по нижеописанному способу получается заметное темно-бурое окрашивание жидкости.

Определение производится следующим образом.

Навеску 1,5 *г* порошка талька смешивают с 30 *мл* разведенной соляной кислоты (уд. в. 1,040—1,042), нагревают на водяной бане в течение 15 *мин*, сохраняя первоначальный объем прибавлением воды, и по охлаждении фильтруют. 5 *мл* фильтрата вносят в пробирку, прибавляют 5 *мл* реактива, помещают пробирку в кипящую водяную баню и нагревают в течение 15 *мин;* при этом не должно быть заметно ни побурения жидкости, ни образования бурого осадка.

В случае побурения или образования бурого осадка в пробирку к испытуемой жидкости прибавляют 3 *мл* воды, 5 *мл* эфира и тщательно взбалтывают. В случае присутствия мышьяка на границе жидкостей образуется бурая пленка.

IV. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

21. Тальк молотый упаковывается в льно-кенафные чистые и сухие мешки весом брутто до 80 *кг* или в бумажные крафт-целлюлозные пакеты вместимостью 40 *кг*.

22. Каждый мешок должен иметь надпись с обозначениями: марки, сорта, месторождения и порядкового номера партии.

Примечания:

1. Тальк, предназначенный для кондитерской промышленности, должен иметь дополнительную маркировку «Пищевой». Тальк, предназначенный для медицины, должен иметь маркировку «Медицинский».

2. Для обозначения месторождения в качестве товарных знаков могут употребляться начальные буквы и другие сокращения. В тех случаях, когда товар получается от смешения частей талька молотого из различных месторождений, последний, как сборный, имеет обозначение «сб».

Пример маркировки

а) «Тальк А. 2 К-Д»,

что означает: тальк марки А, 2-го сорта, Козьмо-Демьянского месторождения.

б) «Тальк Б. 1 резин. сб.»,
что означает: тальк марки Б, 1-го резинового сорта, из различных месторождений.

23. Каждая партия талька молотого сопровождается документом, в котором указывается: а) номер документа; б) дата выдачи документа; в) наименования поставщика и его адрес; г) номер настоящего стандарта; д) марка, сорт и месторождение; е) номер и вес партии; ж) количество мест в партии; з) результаты испытаний качества талька.

24. Тальк молотый должен перевозиться в крытых вагонах и храниться в закрытых сухих помещениях.

Замена

ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 3584—53 введен взамен ГОСТ 3584—50.

---

gost.e-ecolog.ru