УДК 622.354.3-492 : 546.46-31.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 19728.8—74*

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения окиси магния

Talc and talcmagnesite.
Method for determination of magnesium oxide

Взамен
ГОСТ 879—52 в части
разд. III, п. 15в

ОКСТУ 5709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 апреля 1974 г. № 987 срок введения установлен
с 01.01.76

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 24.07.85 № 2341 срок действия продлен
до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает объемный комплексонометрический метод определения общего магния и магния в солянокислом растворе после определения нерастворимого остатка в соляной кислоте по ГОСТ 19728.1—74 в пересчете на окись.

Метод основан на титровании суммы кальция и магния раствором трилона Б с индикатором кислотным хром темно-синим при pH 10 и отдельно кальция с индикатором тимолфталексоном при pH 12—13.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения окиси магния — по ГОСТ 19728.0—74.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 4;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

аммиачный буферный раствор с pH 9,5—10, приготовленный следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 см^3 аммиака и доводят водой до 1000 см^3;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (февраль 1987 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1985 г. (ИУС 11—85).*

gost.e-ecolog.ru

индикатор кислотный хром темно-синий, 1%-ный водный раствор;

уротропин, 30%-ный водный раствор;

магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, 0,1 н. раствор, готовят из фиксанала;

стандартный раствор сернокислого магния; готовят следующим образом: 1000 см³ 0,1 н. раствора сернокислого магния в мерной колбе вместимостью 2000 см³ доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора соответствует 0,001008 г окиси магния;

соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой. Для установления титра раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 10 см³ стандартного раствора сернокислого магния, приливают 50 см³ воды, 10 см³ буферного раствора, несколько капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до изменения розовой окраски в голубую.

Титр раствора трилона Б (T) в граммах окиси магния на миллилитр раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot 0{,}001008}{V_1},$$

где 0,001008 — количество окиси магния, соответствующее 1 см³ стандартного раствора сернокислого магния, г;

V — объем стандартного раствора сернокислого магния, взятый для титрования, см³;

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для определения общей массовой доли окиси магния от раствора после определения двуокиси кремния по ГОСТ 19728.3—74 или для определения массовой доли окиси магния в солянокислом растворе после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1—74 отбирают аликвотную часть 50 см³ в стакан вместимостью 300 см³.

Раствор нейтрализуют раствором аммиака до покраснения бумажки конго, затем приливают несколько капель разбавленной соляной кислоты до посинения бумажки конго, далее 15 см³ раствора уротропина и раствор выдерживают в течение 10 мин при 80—90°С, избегая кипения. Раствор фильтруют в коническую кол-

бу вместимостью 250 см³, осадок на фильтре промывают и отбрасывают. К фильтрату приливают 10 см³ аммиачного буферного раствора, 8—10 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из розовой в устойчивую голубую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m},$$

где V — объем 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованного на титрование суммы кальция и магния, см³;

V_1 — объем 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция по ГОСТ 19728.7—74, см³;

T — титр раствора трилона Б, вычисленный по окиси магния, г/см³;

V_2 — объем исходного раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса исходной навески пробы, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при массовой доле окиси магния до 15% не должно превышать 0,3%.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух последних параллельных определений.

Изменение № 2 ГОСТ 19728.8—74 Тальк и талькомагнезит. Метод определения окиси магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 315

Дата введения 01.07.88

Наименование стандарта. Заменить слово: **«окиси»** на **«оксид»**.

По всему тексту стандарта заменить слово: «окиси» на «оксид».

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слово: «тимолфталексоном» на «флуорексоном».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции:

«2.1. Для проведения анализа применяют

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:4;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79·

аммиачный буферный раствор с pH 9,5—10, приготовленный следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 см³ аммиака и доводят водой до 1000 см³;

индикатор кислотный хром темно-синий, приготовленный растворением 0,5 г индикатора в 20 см³ хлоридно-аммиачного буферного раствора, с разбавлением до 100 см³ этиловым спиртом;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87;

уротропин, раствор концентрации 100 г/дм³;

триэтаноламин гидрохлорид, раствор концентрации 25 г в 100 см³;

магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, 0,05 моль/дм³ готовят разбавлением стандарт-титра;

соль динатриевая этилендиамин N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73 0,05 моль/дм³ раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой. Для установления титра раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 10 см³ стандартного раствора сернокислого магния, приливают 50 см³ воды, 10 см³ буферного раствора, несколько капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до изменения розовой окраски в голубую.

Массовую концентрацию трилона Б *(С)* в граммах оксида магния на миллилитр раствора вычисляют по формуле

(Продолжение см. в. 88)

$$C=\frac{V\cdot 0,001008}{V_1},$$

где 0,001008 — количество оксида магния, соответствующее 1 см³ стандартного раствора сернокислого магния, г;

V — объем стандартного раствора сернокислого магния, взятый для титрования, см³;

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

Допускается применение трилона Б, приготовленного из стандарт-титра».

Пункт 3.1. Заменить слова: «по ГОСТ 19728.3—74» на «по ГОСТ 19728.3—74 или ГОСТ 19728.4—88»;

дополнить абзацем: «Допускается определение оксида магния из раствора, полученного по ГОСТ 19728.3—74 без отделения гидрооксидов. Отбирают аликвотную часть 50 см³ в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 5 см³ раствора триэтаноламина, 25 см³ буферного раствора, 8—10 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в голубую».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. Обработка результатов

4.1. Массовую долю оксида магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{V\cdot C\cdot V_1}{V_2\cdot m}\cdot 100-0,719\cdot X_1,$$

где V — объем 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы оксидов кальция и магния с учетом контрольного опыта, см³;

C — массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, выраженная в г/см³ оскида магния;

V_1 — объем исходного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г;

0,719 — коэффициент пересчета оксида кальция на оксид магния;

X_1 — массовая доля оксида кальция, %.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,3 % при массовой доле оксида магния до 15,0 % и 0,5 % при массовой доле оксида магния свыше 15,0 %».

(ИУС № 5 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru