УДК 622.354.3-492 : 546.41-31.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения окиси кальция

Talc and talcmagnesite.
Method for determination of calcium oxide

ГОСТ 19728.7—74*

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

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 кальция и кальция в солянокислом растворе после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1—74 в пересчете на окись.

Метод основан на титровании кальция раствором трилона Б с индикатором тимолфталексоном при pH 12—13.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 4;
сахарозу по ГОСТ 5833—75, 2%-ный раствор;
калий хлористый по ГОСТ 4234—77;
калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, 20%-ный раствор;
калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;
тимолфталексон;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

gost.e-ecolog.ru

индикаторную смесь, приготовленную следующим образом: 0,1 г тимолфталексона растирают с 100 г хлористого калия;

уротропин, 30%-ный раствор;

индикатор малахитовый зеленый, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76;

стандартный раствор кальция, приготовленный следующим образом: 5,0045 г углекислого кальция растворяют в 20 см³ разбавленной 1 : 1 соляной кислоте. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора соответствует 0,002804 г окиси кальция;

соль динатриевая этилендиамен-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор. Для установления титра раствора трилона Б отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора кальция в коническую колбу вместимостью 300 см³, приливают 100 см³ воды, 5 см³ раствора гидрата окиси калия, 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют сначала быстро раствором трилона Б, приливая не более 10 см³ раствора, а затем приливают еще 10 см³ раствора гидрата окиси калия и продолжают титровать до изменения окраски раствора из зеленой в фиолетовую.

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

$$T = \frac{V \cdot 0{,}002804}{V_1},$$

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

0,002804 — количество окиси кальция, соответствующее 1 см³ стандартного раствора кальция, г;

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для определения общей массовой доли окиси кальция от раствора после определения двуокиси кремния по ГОСТ 19728.3—74 или для определения массовой доли окиси кальция 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 рас-

твора уротропина и раствор выдерживают в течение 10 мин при 80—90°С, избегая кипения.

Раствор фильтруют в коническую колбу вместимостью 250 см³, осадок на фильтре промывают и отбрасывают.

К фильтрату приливают 5 см³ раствора сахарозы, 3—5 капель малахитового зеленого, раствор гидрата окиси калия до изменения окраски раствора из голубовато-зеленой в бесцветную и в избыток 5 см³ (pH 12—13). Далее к раствору прибавляют 0,1—0,2 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из зелено-голубой в фиолетовую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

T — титр раствора трилона Б, вычисленный по окиси кальция;

V_1 — объем исходного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса исходной навески пробы, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при массовой доле окиси кальция до 1% не должно превышать 0,2%.

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 19728.7—74 Тальк и талькомагнезит. Метод определения окиси кальция

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

Дата введения 01.07.88

Наименование стандарта. Заменить слова: **«окиси кальция»** на **«оксида кальция»**.

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

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

Пункты 2.1, 3.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения анализа применяют:

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

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор концентрации 200 г/дм^3, хранят в полиэтиленовой посуде;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;

(Продолжение см. с. 86)

сахарозу по ГОСТ 5833—75;

уротропин, раствор концентрации 100 г/дм³;

флуорексон, приготовленный растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого калия;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76;

стандартный раствор кальция, приготовленный следующим образом: 2,5023 г углекислого кальция растворяют в 20 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоте. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора соответствует 0,001402 г оксида кальция;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,025 моль/дм³ раствор.

Для установления массовой концентрации трилона Б отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора кальция в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ воды, 20 см³ гидрата окиси калия 0,10—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до изменения флуоресцирующей зеленой окраски раствора в розовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б(*C*) в г/см³ оксида кальция вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 87)

$$C = \frac{V \cdot 0{,}001402}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора кальция, взятый для титрования, см³;
0,001402 — масса оксида кальция в 1 см³ стандартного раствора, г;

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.

3.1. Для определения общего оксида кальция от раствора по ГОСТ 19728.3—74 или по ГОСТ 19728.4—88 и для определения оксида кальция в солянокислом растворе после отделения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1—74 отбирают аликвотную часть 50 см³ в стакан вместимостью 250 см³. Раствор нагревают до кипения, приливают по каплям раствор аммиака до начала изменения окраски бумаги конго, затем добавляют при перемешивании 20 см³ раствора уротропина и выдерживают 10—15 мин при 70—80 °С.

(Продолжение см. с. 88)

Раствор фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, осадок на фильтре промывают и отбрасывают. К раствору прибавляют 0,1—0,2 г сахарозы для предотвращения соосаждения кальция с магнием, 20 $см^3$ гидроокиси калия, 0,1—0,2 г индикаторной смеси и титруют трилоном Б до изменения окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в розовую».

Пункт 4.1. Формула и экспликация. Заменить обозначения и слова Т на С, «титр» на «массовую концентрацию»;

после слова «титрование» дополнить словами: «с учетом контрольного опыта».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при массовой доле оксида кальция до 1,00 % не должно превышать 0,15 %».

(ИУС № 5 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru