УДК 622.354.3-492 : 543.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения сульфат-ионов в водной вытяжке

Talc and talcmagnesite.
Method for determination of sulphate ions in water extract

ГОСТ 19728.14—74*

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 № 2342 срок действия продлен

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает метод определения сульфат-ионов в водной вытяжке.

Метод основан на осаждении в водной вытяжке талька или талькомагнезита сульфат-ионов в виде сульфата бария и нефелометрировании суспензии.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения сульфат-ионов в водной вытяжке — по ГОСТ 19728.0—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

нефелометр типа ФЭКП-57;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 0,1 н. раствор, приготовленный из фиксанала;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,1 н. раствор алюминия, не ниже 99,95%;

алюминий хлористый, 0,5%-ный раствор, приготовленный следующим образом: 1 г алюминия растворяют в минимальном коли-

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

gost.e-ecolog.ru

честве разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и доливают водой до 200 см³;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор концентрации 100 г/дм³;

спирт этиловый (гидролизный), ректификованный;

стандартный раствор сульфат-ионов, приготовленный следующим образом: отмеривают микробюреткой 10,41 см³ 0,1 н. раствора серной кислоты в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 0,1 мг сульфат-иона.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От основного раствора, полученного при определении растворимости талька или талькомагнезита в воде по ГОСТ 19728.12—74, отбирают аликвотную часть раствора 50 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³. К раствору приливают 8—10 капель раствора хлористого аммония, раствора гидроокиси натрия до появления осадка гидроокиси алюминия, затем по каплям разбавленную 1 : 1 соляную кислоту до растворения осадка и в избыток 5 капель. Раствор перемешивают, приливают 2 см³ этилового спирта, снова перемешивают, затем приливают 5 см³ раствора хлористого бария, доливают водой до метки и перемешивают. Через 3—5 мин раствор переливают в кювету нефелометра толщиной слоя 20—30 см³ и измеряют интенсивность рассеяния света в области длин волн 520—540 нм. Измерение повторяют не менее трех раз и из полученных отсчетов берут среднее значение.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

По величине интенсивности рассеяния света анализируемого раствора устанавливают массовую долю сульфат-ионов по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 1; 2; 5; 10; 15; 20; 25 и 30 см³ стандартного раствора сульфат-иона, что соответствует 0,1; 0,2; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 и 3 мг сульфат-иона. К растворам приливают по 10 капель раствора хлористого алюминия, раствора гидрата окиси натрия до появления осадка гидроокиси алюминия и далее продолжают, как указано в п. 3.1.

По полученным средним значениям измеренной интенсивности рассеяния света (в делениях шкалы нефелометра) и известным массовым долям сульфат-ионов строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сульфат-ионов в водной вытяжке (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса сульфат-ионов, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем всего анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

m — масса исходной навески пробы, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при массовой доле сульфат-ионов в водной вытяжке до 0,01% не должно превышать 0,001%.

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 19728.14—74 Тальк и талькомагнезит. Метод определения сульфат-ионов в водной вытяжке

Утверждено и введено в действие, Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 317

Дата введения 01.07.88

Вводная часть. Заменить слово: «нефелометрировании» на «фотометрировании».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

весы лабораторные 3-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,01 г по ГОСТ 24104—80;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 0,05 моль/дм^3 раствор, приготовленный из фиксанала;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации 4 г/дм^3;

алюминий гранулированный;

алюминий хлористый, раствор, приготовленный следующим образом: 1 г алюминия гранулированного растворяют в минимальном количестве разбавленной 1:1 соляной кислоты и доливают водой до 200 см^3;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор концентрации 100 г/дм^3;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87;

стандартный раствор сульфат-ионов, приготовленный следующим образом: отмеривают бюреткой 10,4 см^3 0,05 моль/дм^3 раствор серной кислоты в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора содержит 0,1 мг сульфат-иона».

(Продолжение см. с. 90)

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. Проведение анализа

3.1. От основного раствора, полученного по ГОСТ 19728.12—74, отбирают аликвотную часть раствора 50 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³. К раствору приливают 1 см³ раствора хлористого алюминия, раствор гидроокиси натрия до появления осадка гидроокиси алюмния, затем по каплям разбавленную 1:1 соляную кислоту до растворения осадка и в избыток 5 капель. Раствор перемешивают, приливают 2 см³ этилового спирта, снова перемешивают, затем приливают 5 см³ раствора хлористого бария, доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин раствор переливают в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной слоя 30 мм и измеряют оптическую плотность раствора в области длин волн 520—540 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массу сульфат-ионов по градуировочному графику, мг.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 1; 2; 5; 10; 15; 20 см³ стандартного раствора сульфат-иона, что соответствует 0,1; 0,2; 0,5; 1,5; 2,0 мг сульфат-иона. К растворам приливают по 1 см³ раствора хлористого алюминия, раствор гидроокиси натрия до появления осадка гидроокиси алюминия и далее продолжают, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям сульфат-ионов строят градуировочный график».

Пункт 4.2. Второй, третий абзацы исключить.

(ИУС № 5 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru