УДК 622.354.3.001.4 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения окисей натрия и калия

Talc and talcmagnesite.
Method for determination of sodium oxide and potassium oxide

ГОСТ 19728.11—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 пламеннофотометрический метод определения натрия и калия в пересчете на окиси.

Метод основан на определении зависимости между концентрацией натрия или калия в анализируемом солянокислом растворе и интенсивностью их излучения в пламени фотометра. Предварительно из раствора пробы удаляют кремний.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения окисей натрия и калия — по ГОСТ 19728.0—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотометр пламенный;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—78;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

gost.e-ecolog.ru

стандартный раствор натрия и калия, приготовленные следующим образом: 1,583 г хлористого калия и 1,8858 г хлористого натрия, предварительно высушенных при 105—110°С в течение 2 ч, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 0,1 мг окиси калия и 0,1 мг окиси натрия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы талька или талькомагнезита массой 0,5 г помещают в пластиновую выпарительную чашу и разлагают смесью кислот, состоящей из 3 см³ серной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты и 10 см³ соляной кислоты, сначала при слабом, затем при сильном нагревании. Содержимое чаши выпаривают досуха и остаток прокаливают при 600°С в течение 10 мин. К остатку приливают 1 см³ соляной кислоты, 30—40 см³ воды и нагревают до полного растворения остатка и фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают. Фильтрат охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и на пламенном фотометре измеряют интенсивность излучения натрия в интервале длин волн 589—590 нм и калия в интервале длин волн 766—769 нм. Из каждого значения интенсивности излучения в растворе исследуемой пробы вычитают значение интенсивности излучения в контрольном опыте.

По величине интенсивности излучения натрия и калия в растворе исследуемой пробы (измеренной в делениях шкалы прибора) находят их массовую долю в пересчете на окиси по градуировочному графику.

Допускается определение массовой доли окисей натрия и калия проводить методом сравнения.

По методу сравнения измеряют интенсивность излучения натрия и калия в стандартных растворах, концентрация одного из которых меньше, а другого больше концентрации раствора анализируемой пробы.

Процесс фотометрирования для каждой навески пробы талька проводят три раза и вычисляют как среднее арифметическое значение концентраций окисей натрия и калия.

3.2. Для определения массовой доли окисей натрия или калия методом сравнения или по градуировочному графику готовят серию стандартных образцов.

Для этого в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеривают 1; 2; 5; 10; 15; 20; 25; 30; 40 и 50 см³ стандартного раствора натрия и калия. Концентрация приготовленных растворов соот-

ветствует 0,001; 0,002; 0,005; 0,01; 0,015; 0,02; 0,025; 0,03; 0,04 и 0,05 мг/см³ окиси натрия и такому же количеству окиси калия. В каждую колбу приливают по 2 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют интенсивность излучения натрия и калия в делениях шкалы прибора, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси натрия или окиси калия (X) в процентах по градуировочному графику вычисляют по формуле

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

где C — среднее значение концентраций окиси натрия и окиси калия, найденное по градуировочному графику, мг/см³;

V — объем раствора анализируемой пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Массовую долю окиси натрия или окиси калия в процентах по методу сравнений (X_1) вычисляют по формуле

$$X_1=\left[C_1+\frac{(B-B_1)(C_2-C_1)}{(B_2-B_1)}\right]\times\frac{V\cdot 100}{m\cdot 1000},$$

где C_1 — массовая доля окиси натрия или окиси калия в стандартном растворе, концентрация которого ниже по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см³;

C_2 — массовая доля окиси натрия или окиси калия в стандартном растворе, концентрация которого выше по сравнению с раствором анализируемой пробы, мг/см³;

B — показание гальванометра для раствора анализируемой пробы;

B_1 — показание гальванометра для стандартного раствора с концентрацией C_1;

B_2 — показание гальванометра для стандартного раствора с концентрацией C_2;

V — объем раствора анализируемой пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,007% при массовой доле окиси натрия или окиси калия до 0,05%.

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 19728.11—74 Тальк и талькомагнезит. Метод определения окисей натрия и калия

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: **«окисей»** на **«оксидов»**.

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

Пункт 2.1 дополнить абзацами (после второго): «электропечь сопротивления камерную по ОСТ 16.0.801.397—87, обеспечивающую нагрев до 900 °С;

(Продолжение см. с. 90)

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

чашки платиновые по ГОСТ 6563—75».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значения: 3 $см^3$ на 1 $см^3$, 1 $см^3$ на 2 $см^3$;

исключить слова: «и 10 $см^3$ соляной кислоты».

Пункт 4.3. Второй, третий абзацы исключить.

(ИУС № 5 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru