

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Определение оксида магния

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 13 «Неметаллоруд»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. № 300-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.8—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 19728.8—74

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	1
4 Аппаратура, реактивы и растворы	2
5 Проведение анализа	2
6 Обработка результатов	3

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ**Определение оксида магния**

Talc and talcomagnesite. Method for determination of magnesium oxide

Дата введения 2002—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает объемный комплексометрический метод определения общего оксида магния и оксида магния в солянокислом растворе.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4523—77 Магний серноокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19728.0—2001 Тальк и талькомагнезит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19728.1—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение нерастворимого в соляной кислоте остатка

ГОСТ 19728.3—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение оксида кремния (IV)

ГОСТ 19728.4—2001 Тальк и талькомагнезит. Определение оксида железа (III)

ГОСТ 19730—74 Тальк и талькомагнезит. Метод отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 Общие требования

3.1 Отбор проб — по ГОСТ 19730.

3.2 Общие требования к методу определения оксида магния — по ГОСТ 19728.0.

4 Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Стаканы по ГОСТ 25336, вместимостью 300 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиачный буферный раствор с рН 9,5 — 10, приготовленный следующим образом: 67,5 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 570 см³ аммиака и доводят водой до 1 дм³.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, раствор 0,05 моль/дм³, готовят разбавлением стандарт-титра.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Уротропин фармакопейный, раствор 100 г/дм³.

Триэтаноламин гидрохлорид по НД, раствор 25 г в 100 см³.

Индикатор кислотный хром темно-синий по НД, приготовленный растворением 0,5 г индикатора в 20 см³ аммиачного буферного раствора и разбавлением до 100 см³ этиловым спиртом.

Соль динатриевая этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,05 моль/дм³, приготовленный следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

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 аммиачного буферного раствора, несколько капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до изменения розовой окраски в голубую.

Концентрацию трилона Б по оксиду магния C , г/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 0,001008}{V_1}, \quad (1)$$

где 0,001008 — масса оксида магния, соответствующая 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 применять трилон Б, приготовленный из стандарт-титра, который растворяют в мерной колбе вместимостью 2 дм³, доливают водой до метки и перемешивают (раствор концентрации 0,025 моль/дм³).

5 Проведение анализа

Для определения общего оксида магния от раствора после отделения оксида кремния по ГОСТ 19728.3 или от раствора, полученного по 4.4 ГОСТ 19728.4, а для определения оксида магния в солянокислом растворе — от раствора после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1 отбирают аликвотную часть раствора 50 см³ в стакан вместимостью 300 см³.

Раствор нейтрализуют раствором аммиака до покраснения бумаги «конго», прибавляют по каплям разбавленную соляную кислоту до посинения бумаги «конго», приливают 15 см³ раствора уротропина. Раствор с осадком нагревают и выдерживают в течение 10 мин при 80 — 90 °С, избегая кипения, затем фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре промывают горячей водой 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.

Допускается определять оксид магния из раствора, полученного по ГОСТ 19728.3, без отделения гидроксидов. Отбирают аликвотную часть 50 см³ раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 5 см³ раствора триэтанолamina, 25 см³ аммиачного буферного раствора,

8—10 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в устойчивую голубую.

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю оксида магния X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V C V_1}{V_2 m} \cdot 100 - 0,719 X_1, \quad (2)$$

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

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

V_1 — объем исходного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески пробы, г;

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

X_1 — массовая доля оксида кальция, %.

6.2 Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,3 % при массовой доле оксида магния до 15 % включительно и 0,5 % — при массовой доле оксида магния свыше 15 %.

Ключевые слова: тальк, талькомагнезит, микротальк, оксид магния, комплексонометрический метод определения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 27.08.2001. Подписано в печать 28.09.2001. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 254 экз. С 2255. Зак. 921.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102