Межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.4-2001 "Тальк и талькомагнезит. Определение оксида железа" (введен в действие постановлением Государственного комитета РФ по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. N 300-ст)

Talc and talcomagnesite. Methods for determination of ferric oxide

Дата введения 1 марта 2002 г.

Взамен ГОСТ 19728.4-88

1. Область применения

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает два метода определения общего оксида железа (III) и оксида железа (III) в солянокислом растворе после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 197281: -

фотометрический - при массовой доле оксида железа (III) до 2%;
комплексонометрический - при массовой доле железа (III) более 2%.

2. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83-79 Натрий углекислый. Технические условия

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 4199-76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6365-75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

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

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

ГОСТ 22867-77 Аммоний азотнокислый. Технические условия

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 методам определения оксида железа (III) - по ГОСТ 19728.0.

4. Фотометрический метод

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до 900°С.

Чашки или тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563.

Мешалка магнитная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Фотоэлектроколориметр.

Стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 300 г/дм3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199.

Борно-содовая смесь для сплавления, приготовленная тщательным растиранием двух частей безводного углекислого натрия и одной части тетраборнокислого натрия с добавлением 10 г растертого азотнокислого аммония на 100 г смеси. Смесь хранят в полиэтиленовой посуде.

Допускается использовать для сплавления борно-содовую смесь с соотношением углекислого натрия и тетраборнокислого натрия 4:1, что способствует ускорению выщелачивания плава без применения магнитной мешалки.

Железа оксид (III) по НД.

Стандартный раствор оксида железа (III), приготовленный следующим образом: 0,1 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 150 см3, приливают 50 см3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см3 полученного раствора содержит 0,1 мг оксида железа (III).

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см3 отбирают 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10 см3 стандартного раствора оксида железа, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 мг оксида железа (III). В каждую колбу приливают по 10 см3 раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до устойчивой желтой окраски, 5 см3 после устойчивой желтой окраски.

4.3.2 Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400-450 нм, в кювете толщиной колориметрируемого слоя 10 - 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий железа.

Строят градуировочный график зависимости оптических плотностей растворов от соответствующих им масс оксида железа (III) в миллиграммах.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы талька, талькомагнезита или микроталька массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или тигель, прибавляют 3 г борно-содовой смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают крышкой и сплавляют 10 - 15 мин в электропечи при температуре (875+-25)°С.

Чашку (тигель) с плавом помещают в стакан, приливают 40 см3 разбавленной 1:3 соляной кислоты, затем воды, чтобы чашка (тигель) была покрыта

раствором, и растворяют плав на магнитной мешалке. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

4.4.2 Для определения общего оксида железа (III) от полученного раствора или от раствора после отделения кремниевой кислоты по ГОСТ 19728.3, а для определения оксида железа (III) в соляно-кислом растворе от раствора по ГОСТ 19728.1 отбирают аликвотную часть 10 - 25 см3 в мерную колбу вместимостью 100 см3, приливают 10 см3 раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и 5 см3 в избыток. Раствор охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и в случае образования осадка фильтруют через сухой фильтр "красная лента", отбрасывая первые порции фильтрата.

Далее измеряют оптическую плотность раствора, как указано в 4.3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По оптической плотности по градуировочному графику определяют массу оксида железа (III) в миллиграммах.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида железа (III) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \quad (1)$$

где m_1 - масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, мг;

V - объем исходного раствора, см3;

V_1 - объем аликвотной части раствора, см3;

m - масса навески пробы, г.

4.5.2 Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,05% при массовой доле оксида железа (III) до 1% и 0,1% - при массовой доле оксида железа (III) более 1%.

5. Комплексонометрический метод (при массовой доле оксида железа (III) более 2%)

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании бесцветного комплекса трилона Б с ионами железа при pH 1 - 1.5. В качестве индикатора используют раствор сульфосалициловой кислоты.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 1000 см3, 2000 см3.

Колбы конические, стаканы по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 моль/дм3 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 100 г/дм3.

Железа оксид (III) по НД.

Стандартный раствор железа, приготовленный следующим образом: 2 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 250 см3, приливают 100 см3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см3 полученного раствора содержит 0,002 г оксида железа (III).

Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,25 моль/дм3 раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм3 и доливают до метки водой.

Массовую концентрацию трилона Б устанавливают по стандартному раствору оксида железа (III). Для этого в три конические колбы вместимостью 250 см3 отбирают по 10 см3 стандартного раствора оксида железа (III), приливают по 50 см3 воды, 0,3 - 0,5 см3 сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую и сразу 5 см3 1 моль/дм3 раствора соляной кислоты.

Раствор нагревают до 60 - 70°С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

Концентрацию 0,025 моль/дм3 раствора трилона Б по оксиду железа (III) С, г/см3, вычисляют по формуле

V C

1

C = ———, (2)

V

1

где V - объем стандартного раствора оксида железа, взятый для

титрования, см3;

C - концентрация оксида железа, г/см3;

1

V - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование,

1 см3.

Допускается применять трилон Б, приготовленный из стандарт-титра, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм3, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Для определения общего оксида железа (III) от раствора, полученного по 4.4.1 или от раствора по ГОСТ 19728.3 отбирают аликвотную часть 50 см3 в коническую колбу вместимостью 250 см3. Приливают 0,3 - 0,5 см3 раствора сульфосалициловой кислоты, и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую, сразу же 5 см3 1 моль/дм3 раствора соляной кислоты.

Раствор нагревают до 60 - 70°С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

5.3.2 Для определения оксида железа (III) в солянокислом растворе после определения нерастворимого остатка от раствора по ГОСТ 19728.1 отбирают аликвотную часть 50 см3 в колбу вместимостью 250 см3, приливают 1 см3 азотной кислоты и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, приливают 0,3 - 0,5 см3 раствора сульфосалициловой кислоты, далее поступают, как указано в п. 5.3.1.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю оксида железа (III) X, %, вычисляют по формуле

C V V 100

1

X = ————————, (3)

V m

2

где C - концентрация раствора трилона Б по оксиду железа (III), г/см3;

V - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см3;

V - объем исходного раствора, см3;

1

V - объем аликвотной части раствора, см3;

2

m - масса навески пробы, г.

5.4.2 Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,2%.