Межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.11-2001 "Тальк и талькомагнезит. Определение оксидов натрия и калия" (введен в действие постановлением Госстандарта РФ от 30 июля 2001 г. N 300-ст)

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

Дата введения 1 марта 2002 г.

Взамен ГОСТ 19728.11-74

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения оксидов натрия и калия.

Метод основан на измерении интенсивности излучения атомов натрия и калия в пламени фотометра.

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 4204-77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234-77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6563-75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

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

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

3 Общие требования

3.1 Отбор проб - по ГОСТ 19730.

3.2 Общие требования к методу определения оксидов натрия и калия - по ГОСТ 19728.0.

4 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный.

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Стандартный раствор натрия и калия, приготовленный следующим образом: 0,1886 г хлористого натрия и 0,1583 г хлористого калия, предварительно высушенных при температуре (105 +- 5)°С в течение 2 ч, растворяют в воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см3 стандартного раствора содержит 0,1 мг оксида натрия и 0,1 мг оксида калия.

5 Подготовка к анализу

5.1 Для построения градуировочного графика или определения оксидов натрия и калия методом сравнения готовят серию стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см3 отмеряют бюреткой 1; 2; 5; 10; 15; 20; 25; 30; 40; 50 см3 стандартного раствора натрия и калия. В каждую колбу приливают 2 см3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Концентрация приготовленных растворов соответствует 0,001; 0,002; 0,005; 0,01; 0,015; 0,02; 0,025; 0,03; 0,04 и 0,05 мг/см3 оксида натрия и такому же количеству оксида калия.

После настройки пламенного фотометра при проверке водой гальванометр должен иметь нулевое показание.

5.2 На пламенном фотометре последовательно измеряют интенсивность излучения калия в диапазоне длин волн (768 +- 5) нм и интенсивность излучения натрия в диапазоне длин волн (589 +- 5) нм. Для каждого раствора производят три измерения.

По средним значениям измерений строят градуировочный график, откладывая на оси ординат показания шкалы гальванометра, а на оси абсцисс - концентрацию оксидов калия и натрия в миллиграммах на квадратный сантиметр.

5.3 Перед началом работы градуировочные графики проверяют по двум или трем стандартным растворам.

6 Проведение анализа

6.1 Навеску пробы талька или талькомагнезита массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и разлагают смесью кислот, состоящей из 1 см3 серной кислоты и 10 см3 фтористоводородной кислоты, сначала при слабом, затем при сильном нагревании.

Содержимое чашки выпаривают досуха, остаток прокаливают при 600-650°С в течение 10 мин. К охлажденному остатку приливают 2 см3 соляной кислоты, 30-40 см3 воды и нагревают до образования прозрачного раствора. Если помутнение не исчезает при длительном нагревании, то раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см3 через двойной фильтр "красная и синяя лента". Осадок на фильтре промывают пять-шесть раз горячей водой и отбрасывают. Фильтрат в мерной колбе охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

На пламенном фотометре измеряют интенсивность излучения калия и натрия, как указано в 5.2.

Для каждого раствора производят три измерения. Из каждого среднего значения интенсивности излучения элементов в растворе исследуемой пробы вычитают среднее значение интенсивности излучения в контрольном опыте.

По средней интенсивности излучения натрия и калия в растворе исследуемой пробы (измеренной в делениях шкалы гальванометра) находят их концентрацию в пересчете на оксиды по градуировочному графику в миллиграммах на кубический сантиметр.

6.2 Допускается проводить измерения по методу сравнения. В этом случае сначала измеряют интенсивность излучения калия или натрия в стандартных растворах, концентрация одного из которых меньше, а другого больше концентрации раствора анализируемой пробы.

6.3 Строят график по точкам, соответствующим показаниям примененных

градуировочных растворов, и находят концентрацию оксидов калия или натрия в миллиграммах на кубический сантиметр.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю оксида натрия или оксида калия X, %, вычисляют по формуле

C V 100

1

X = ————————, (1)

m 1000

где C - концентрация определяемого оксида натрия или оксида калия, по

1

градуировочному графику, мг/см3;

V - общий объем раствора анализируемой пробы, см3;

m - масса навески пробы, г.

7.2 Массовую долю оксида натрия или оксида калия X_1, %, по методу сравнения вычисляют по формуле

(B - B)(C - C)

1 2 1 V 100

X = [C + ————————————————] x ————————, (2)

1 1 B - B m 1000

2 1

где C - концентрация оксида определяемого элемента в стандартном

1

растворе, концентрация которого ниже по сравнению с раствором

анализируемой пробы, мг/см3;

C - концентрация оксида определяемого элемента в стандартном

2

растворе, концентрация которого выше по сравнению с раствором

анализируемой пробы, мг/см3;

B - показания гальванометра для раствора анализируемой пробы;

В - показания гальванометра для стандартного раствора концентрации

1

С ;

1

В - показания гальванометра для стандартного раствора концентрации

2

С ;

2

V - общий объем раствора анализируемой пробы, см3;

m - масса навески пробы, г.

7.3 Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать:

0,007% - при массовой доле оксида натрия или оксида калия до 0,10%;

0,03% - при массовой доле оксида натрия или оксида калия до 0,5%;

0,05% - при массовой доле оксида натрия или оксида калия от 0,5% до 1%.