

## ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

## Метод определения окиси кальция

Talc and talcmagnesite.  
Method for determination of calcium oxide

ГОСТ  
19728.7-74\*

Взамен  
ГОСТ 879-52 в части  
разд. III, п. 156

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 № 2341 срок действия продлен

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает объемный комплексометрический метод определения общего кальция и кальция в солянокислом растворе после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1-74 в пересчете на окись.

Метод основан на титровании кальция раствором трилона Б с индикатором тимолфталеконом при рН 12-13.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения окиси кальция— по ГОСТ 19728.0-74.

## 2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:  
кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, разбавленную 1 : 4;  
сахарозу по ГОСТ 5833-75, 2%-ный раствор;  
калий хлористый по ГОСТ 4234-77;  
калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, 20%-ный раствор;  
калий азотнокислый по ГОСТ 4217-77;  
тимолфталексон;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

индикаторную смесь, приготовленную следующим образом: 0,1 г тимолфталексона растирают с 100 г хлористого калия; уротропин, 30%-ный раствор; индикатор малахитовый зеленый, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76;

стандартный раствор кальция, приготовленный следующим образом: 5,0045 г углекислого кальция растворяют в 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1 : 1 соляной кислоте. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора соответствует 0,002804 г окиси кальция;

соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 н. раствор. Для установления титра раствора трилона Б отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора кальция в коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора гидрата окиси калия, 0,1—0,15 г индикаторной смеси и титруют сначала быстро раствором трилона Б, приливая не более 10 см<sup>3</sup> раствора, а затем приливают еще 10 см<sup>3</sup> раствора гидрата окиси калия и продолжают титровать до изменения окраски раствора из зеленой в фиолетовую.

Титр раствора трилона Б ( $T$ ) в граммах окиси кальция на миллилитр раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot 0,002804}{V_1},$$

где  $V$  — объем стандартного раствора кальция, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

0,002804 — количество окиси кальция, соответствующее 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора кальция, г;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для определения общей массовой доли окиси кальция от раствора после определения двуокиси кремния по ГОСТ 19728.3—74 или для определения массовой доли окиси кальция в солянокислом растворе после определения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1—74 отбирают аликвотную часть 50 см<sup>3</sup> в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>.

Раствор нейтрализуют раствором аммиака до покраснения бумажки конго, затем приливают несколько капель разбавленной соляной кислоты до посинения бумажки конго, далее 15 см<sup>3</sup> рас-

твора уротропина и раствор выдерживают в течение 10 мин при 80—90°C, избегая кипения.

Раствор фильтруют в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, осадок на фильтре промывают и отбрасывают.

К фильтрату приливают 5 см<sup>3</sup> раствора сахарозы, 3—5 капель малахитового зеленого, раствор гидрата окиси калия до изменения окраски раствора из голубовато-зеленой в бесцветную и в избыток 5 см<sup>3</sup> (рН 12—13). Далее к раствору прибавляют 0,1—0,2 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из зелено-голубой в фиолетовую.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси кальция ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора трилона Б, вычисленный по окиси кальция;

$V_1$  — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса исходной навески пробы, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при массовой доле окиси кальция до 1% не должно превышать 0,2%.

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 19728.7—74 Тальк и талькомагнезит. Метод определения окиси кальция**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 315**

**Дата введения 01.07.88**

**Наименование стандарта. Заменить слова: «окиси кальция» на «оксида кальция».**

**По всему тексту стандарта заменить слово: «окиси» на «оксида».**

**Вводная часть. Второй абзац. Заменить слово: «тнмолфталексоном» на «флуорексоном».**

**Пункты 2.1, 3.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения анализа применяют:**

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

**аммиак водный по ГОСТ 3760—79;**

**калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор концентрации 200 г/дм<sup>3</sup>, хранят в полиэтиленовой посуде;**

**калий хлористый по ГОСТ 4234—77;**

**кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;**

*(Продолжение см. с. 86)*

сахарозу по ГОСТ 5833—75;

уротропин, раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>;

флуорексон, приготовленный растиранием 0,1 г индикатора с 10 г хлористого калия;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76;

стандартный раствор кальция, приготовленный следующим образом: 2,5023 г углекислого кальция растворяют в 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоте. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора соответствует 0,001402 г оксида кальция;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Для установления массовой концентрации трилона Б отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора кальция в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> гидрата окиси калия 0,10—0,15 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до изменения флуоресцирующей зеленой окраски раствора в розовую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б(С) в г/см<sup>3</sup> оксида кальция вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 87)

$$C = \frac{V \cdot 0,001402}{V_1} ,$$

где  $V$  — объем стандартного раствора кальция, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;  
0,001402 — масса оксида кальция в 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора, г;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Допускается применение трилона Б, приготовленного из стандарт-титра, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

3.1. Для определения общего оксида кальция от раствора по ГОСТ 19728.3—74 или по ГОСТ 19728.4—88 и для определения оксида кальция в солянокислом растворе после отделения нерастворимого в соляной кислоте остатка по ГОСТ 19728.1—74 отбирают аликвотную часть 50 см<sup>3</sup> в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до кипения, приливают по каплям раствор аммиака до начала изменения окраски бумаги конго, затем добавляют при перемешивании 20 см<sup>3</sup> раствора уротропина и выдерживают 10—15 мин при 70—80 °С.

(Продолжение см. с. 88)

Раствор фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, осадок на фильтре промывают и отбрасывают. К раствору прибавляют 0,1—0,2 г сахарозы для предотвращения соосаждения кальция с магнием, 20 см<sup>3</sup> гидроокиси калия, 0,1—0,2 г индикаторной смеси и титруют трилоном Б до изменения окраски раствора из флуоресцирующей зеленой в розовую».

Пункт 4.1. Формула и экспликация. Заменить обозначения и слова Т на С, «титр» на «массовую концентрацию»;

после слова «титрование» дополнить словами: «с учетом контрольного опыта».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при массовой доле оксида кальция до 1,00 % не должно превышать 0,15 %».

(ИУС № 5 1988 г.)