ГОСТ 21216.3—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ ГЛИНИСТОЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 21216.3—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 21216.3—81

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 666.32:546.284—31.06:006.354 Группа А59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ ГЛИНИСТОЕ

Метод определения свободного диоксида кремния

Clay raw materials. Method for determination of free silicon dioxide

ГОСТ 21216.3—93

ОКСТУ 0709

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт устанавливает метод определения свободного диоксида кремния в глинистом сырье для керамической промышленности.

Метод основан на выделении нерастворимого диоксида кремния горячей ортофосфорной кислотой и последующем прокаливании его до постоянной массы.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 21216.0.

2. СРЕДСТВА АНАЛИЗА

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные 2-го класса точности.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру 105—110 °С.

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 900—1000 °С.

Тигель платиновый по ГОСТ 6563.

Тигель кварцевый по ГОСТ 19908.

Термостат с регулятором или сушильный шкаф с ртутно-контактным термометром, обеспечивающие температуру нагрева 250—260 °С.

Стакан вместимостью 800—1000 $см^3$.

Баня водяная или песчаная.

Издание официальное

Эксикатор по ГОСТ 23932.

Сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 10678, обезвоженная до прекращения выделения пузырьков.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота плавиковая по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:9.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка к анализу — по ГОСТ 21216.0.

3.2. Пробу для анализа высушивают до постоянной массы при температуре (105±5) °С и измельчают вручную в агатовой или яшмовой ступке или механизированным способом до размера частиц, проходящих через сито с сеткой № 0063.

Масса навески 0,1—0,2 г.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовленную навеску глинистого сырья помещают в платиновый или кварцевый тигель, приливают при помешивании платиновым шпателем или кварцевой палочкой 15 см³ обезвоженной ортофосфорной кислоты.

Шпатель или палочку оставляют в тигле, пока материал обрабатывают ортофосфорной кислотой.

Тигель с раствором помещают в термостат или сушильный шкаф, быстро нагревают до 250 °С и выдерживают в течение 15 мин при этой температуре, периодически перемешивая.

После окончания разложения и охлаждения материала содержимое тигля переливают в стакан вместимостью 800—1000 см³, в который предварительно наливают 450 см³ нагретой до кипения воды.

Горячий раствор фильтруют через фильтр «синяя лента». Осадок на фильтре промывают 100 см³ разбавленной соляной кислотой 1:9 и 5—10 раз горячей водой до нейтральной реакции фильтрата по индикаторной бумаге.

Фильтр с остатком переносят в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают при температуре 950—1000 °С в течение 30 мин. Затем тигель с остатком охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до достижения постоянной массы.

К остатку в тигле после прокаливания приливают несколько капель серной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты и

выпаривают на песчаной бане до полного удаления паров серной кислоты.

Затем тигель помещают в муфельную печь и прокаливают при 950—1000 °С в течение 15 мин. Остаток в тигле охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до достижения постоянной массы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свободного диоксида кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса тигля с остатком после прокаливания до обработки плавиковой кислотой, г;

m_2 — масса тигля с остатком после прокаливания после обработки плавиковой кислотой, г;

m — масса навески, г.

5.2. Расхождение результатов двух параллельных определений не должно превышать 0,3 % при массовой доле свободного диоксида кремния до 20 % и 0,5 % — при массовой доле свободного диоксида кремния свыше 20 %.

Если расхождения результатов двух параллельных определений превышают указанное значение, определение повторяют.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 6613—86	2.1
ГОСТ 10484—78	2.1
ГОСТ 10678—76	2.1
ГОСТ 19908—90	2.1
ГОСТ 21216.0—93	1.1; 3.1
ГОСТ 23932—90	2.1

gost.e-ecolog.ru