УДК 622.355.3 : 54—31.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МРАМОР

Метод определения содержания двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа

Marble.
Method for the determination of silicon dioxide, aluminium oxide and ferric oxide

ГОСТ 23260.4—78

Взамен
ГОСТ 4416—73 в части пп. 4.5 и 4.6;
ГОСТ 16426—70 в части п. 5.3

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 августа 1978 г. № 2312 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на естественный мрамор в виде блоков, кусков, крошки, порошка и устанавливает метод определения содержания двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа.

Метод основан на растворении навески мрамора в соляной кислоте, отделении нерастворимых в кислоте веществ, осаждении алюминия и железа аммиаком с последующим взвешиванием их в виде окисей до и после отгонки кремниевой кислоты в виде четырехфтористого кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения содержания двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа — по ГОСТ 23260.0—78.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—73.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 2.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

gost.e-ecolog.ru

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, индикатор, готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 100 мл 60%-ного раствора спирта.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 2%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277 –75, 1%-ный раствор.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску мрамора массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150—200 мл, смачивают водой, прикрывают стакан часовым стеклом и постепенно приливают 10 мл соляной кислоты. Затем содержимое стакана нагревают до полного прекращения выделения двуокиси углерода, снимают часовое стекло и обмывают его водой.

К раствору приливают 2 капли азотной кислоты, 2—3 капли метилового красного и добавляют 5 г хлористого аммония. Далее приливают по каплям разбавленный 1 : 2 раствор аммиака до перехода окраски раствора из розовой в желтую.

Раствор фильтруют через фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 250 мл. Осадок на фильтре промывают горячим раствором азотнокислого аммония, содержащим в 1 л 5 – 10 капель аммиака, до отрицательной реакции на ион хлора (реакция с раствором азотнокислого серебра). Раствор в мерной колбе доливают водой до метки и перемешивают.

Осадок с фильтром помещают в прокаленный платиновый тигель, озоляют, прокаливают при 1000—1050°С в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до постоянной массы.

Прокаленный осадок смачивают несколькими каплями воды, приливают 0,5 мл серной кислоты, 5 мл раствора фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают на песчаной бане досуха. Осадок прокаливают при 1000—1050°С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.2. Допускается определять содержание двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа спектральным методом (см. ГОСТ 23260.2—78, рекомендуемое приложение).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса тигля с осадком до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески мрамора, г.

4.2. Массовую долю суммы окисей алюминия и железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_3)100}{m},$$

где m_3 — масса пустого тигля, г.

4.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния или суммы окисей алюминия и железа, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,5	0,05
Св. 0,5 до 1,5	0,10
» 1,5 » 3,0	0,15
» 3,0	0,20

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех последних параллельных определений.

gost.e-ecolog.ru