

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СИЛИКАТ НАТРИЯ РАСТВОРИМЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 13079—81

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.683 : 006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛИКАТ НАТРИЯ РАСТВОРИМЫЙ

Технические условия

Soluble sodium silicafe.
Specifications

ГОСТ 13079—81*

Взамен
ГОСТ 13079—67

ОКП 59 2181

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 апреля 1981 г. № 1972 срок введения установлен
с 01.01.82

Проверен в 1986 г. Постановлением Госстандарта от 26.12.86 № 4545 срок действия продлен
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на растворимый силикат натрия, выпускаемый в виде кусков и гранулята, предназначенный для изготовления жидкого стекла по ГОСТ 13078—81.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 1690—76 в части сущности метода и весового метода определения двуокиси кремния; международному стандарту ИСО 1686—76 в части отбора проб; международному стандарту ИСО 1688—76 в части сущности метода и определения потери при прокаливании; международному стандарту ИСО 1692—76 в части сущности метода и определения окиси натрия; международному стандарту ИСО 2124—72 в части объемного метода определения двуокиси кремния; международному стандарту ИСО 3200—75 в части метода определения серного ангидрида.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Растворимый силикат натрия должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта и по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

1.3. По физико-химическим показателям силикат натрия должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1986 г. (ИУС 4—87).*

© Издательство стандартов, 1988

Физико-химические показатели силиката натрия

Наименование показателя	Норма для силиката натрия					
	содового					
	для изготовления замазок, литья, флотации	для катализаторов и адсорбентов, для производства сварочных электродов	для СМС и химических производств, белой сажи	для строительства	для клеев, пропиток, покрытий	для бумажного производства
Внешний вид	Однородные прозрачные бесформенные куски без механических включений, видимых невооруженным глазом со слабо-зеленым, желтоватым или голубоватым оттенком	Однородные прозрачные бесформенные куски без механических включений		Однородные прозрачные бесформенные куски без механических включений, видимых невооруженным глазом, со слабо-зеленым, желтоватым или голубоватым оттенком		
Массовая доля двуокиси кремния, %	70,7—73,4	71,7—73,1	71,7—73,8	70,4—74,1	73,4—75,7	75,8—76,7
Массовая доля окиси алюминия и окиси железа, %, не более	0,6	0,48	0,40	2,0	0,6	0,6
в том числе окиси железа, %, не более	Не регламентируется	Не регламентируется	0,05	Не регламентируется	Не регламентируется	Не регламентируется
Массовая доля окиси кальция, %, не более	0,4	0,25	0,1	0,4	0,4	0,4
Массовая доля серного ангидрида, %, не более	0,3	0,15	0,15	0,3	0,3	0,3
Массовая доля окиси натрия, %	25,3—28,1	26,0—27,4	25,5—28,2	23,2—26,9	23,0—26,3	22,0—22,9
Силикатный модуль	2,6—3,0	2,7—2,9	2,6—3,0	2,7—3,3	2,7—3,4	3,4—3,6

Примечание. Допускается применение растворимого силиката натрия для других целей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Нормы по химическому составу устанавливаются в пересчете на прокаленное вещество.

1.5. Для производства белой сажи силикат натрия должен быть с силикатным модулем 2,8—3,0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.6. **(Исключен, Изм. № 1).**

1.7. Силикат натрия должен изготовляться кусками размерами не менее 20 и не более 150 мм. Допускаются куски размерами менее 20 и более 150 мм, если их общая масса не превышает 40%, а для производства жидкого стекла, применяемого для сварочных материалов, не превышает 30% от массы партии.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Силикат натрия принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по своим качественным показателям продукта, оформленное одним документом о качестве, содержащим:

наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак;

наименование, вид продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

результаты проведенных испытаний или подтверждение о соответствии качества продукции требованиям настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. В каждой партии силиката натрия определяют внешний вид, массовую долю двуокиси кремния, окиси натрия и силикатный модуль, а массовую долю окиси железа и алюминия, окиси кальция и серного ангидрида изготовитель определяет периодически по требованию потребителя.

2.3. Для проверки соответствия качества продукции требованиям настоящего стандарта отбирают пробу общей массой не менее 5 кг.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания по данному показателю на удвоенной пробе. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Отбор проб

3.1.1. Точечные пробы отбирают щипцами из нержавеющей стали в равных количествах из трех разных мест общей массой не менее 5 кг. Отобранные точечные пробы соединяют, перемеши-

вают и квартованием сокращают до получения объединенной пробы массой не менее 750 г.

3.1.2. Объединенную пробу делят на две равные части, одну из которой подвергают испытаниям, а другую помещают в чистую, сухую стеклянную банку с притертой пробкой и хранят в течение трех месяцев на случай разногласий в оценке качества. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, номера партии, номера и даты отбора пробы.

3.1.3. Отобранную для испытаний часть пробы сокращают квартованием до 20—25 г, обтирают кусочки этиловым ректификованным техническим спиртом по ГОСТ 18300—87, быстро растирают в агатовой, халцедоновой или кварцевой ступке до тончайшего порошка, до состояния пудры, 12—15 г которого помещают в бюксу, закрывают плотно крышкой и ставят в эксикатор. Полученный порошок предназначается для проведения всех последующих испытаний.

3.2. Внешний вид силиката натрия определяют визуально.

3.3. Определение потери массы при прокаливании

3.3.1. *Аппаратура*

Печь лабораторная муфельная с нагревом до температуры 500°С.

Тигли фарфоровые с крышками по ГОСТ 9147—80, № 3 и 4.

3.3.2. *Проведение анализа*

В предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель взвешивают около 1 г порошка силиката натрия с погрешностью не более 0,0002 г. Тигель с навеской на $^3/_4$ прикрывают крышкой (во избежание в дальнейшем разбрызгивания) и прокаливают, постепенно повышая температуру, в электрической муфельной печи, выдерживают при температуре 400—420°С в течение 30—40 мин. Тигель с навеской охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторяют прокаливание до постоянной массы.

3.3.3. *Обработка результатов*

Потерю массы при прокаливании (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — потеря массы навески после прокаливания, г;

m — масса навески силиката натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.4. Определение массовой доли двуокиси кремния (весовой метод)

3.4.1. *Сущность метода*

Метод основан на разложении пробы растворением в горячей воде, двойном обезвоживании кремниевой кислоты в солянокислой среде, выделении и прокаливании осадка, отгонке четырехфтористого кремния путем обработки фтористоводородной кислотой.

3.4.2. *Реактивы, растворы, аппаратура*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., разбавленная (1 : 1).

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Тигли с крышками платиновые по ГОСТ 6563—75, тигли № 100—7 или 100—8 и крышки № 101—7 или 101—8.

Печь муфельная лабораторная с температурой нагрева 1000—1100°С.

Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147—80, № 4.

Бюксы по ГОСТ 25336—82.

3.4.3. *Проведение анализа*

Навеску массой около 1 г порошка силиката натрия взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г во взвешенной стеклянной бюксе и осторожно высыпают в фарфоровую чашку. Бюксу тотчас же взвешивают и по разности масс вычисляют массу навески.

Навеску в чашке обрабатывают 75—100 $см^3$ горячей воды, помещают на сетку, прикрывают часовым стеклом и осторожно кипятят, помешивая в течение 15—30 мин до растворения навески.

При определении двуокиси кремния в силикате с низким силикатным модулем пробу можно растворять в фарфоровой чашке на кипящей водяной бане. Затем через носик чашки в раствор при частом перемешивании стеклянной палочкой вводят из капельницы 25 $см^3$ соляной кислоты, при этом чашка должна быть покрыта часовым стеклом. Не снимая стекла, чашку с содержимым помещают на кипящую баню на 10—15 мин, после чего часовое стекло снимают, обмывают его и края чашки водой. Полученный раствор общим объемом около 150 $см^3$ вместе с выделившимся осадком геля кремниевой кислоты выпаривают почти досуха на кипящей водяной бане. Образовавшийся твердый остаток осторожно растирают до порошкообразного состояния пестикообразной стеклянной палочкой, каторая должна находиться в чашке. Нагревание на водяной бане продолжают до полного исчезновения запаха хлористого водорода. Полноту удаления хлористого водорода проверяют также с помощью палочки, смоченной раствором аммиака. Для более полного обезвоживания кремниевой кислоты чашку держат на водяной бане еще 2 ч.

Высушенный и охлажденный осадок смачивают 3—4 см³ соляной кислоты и, прикрыв чашку часовым стеклом, выдерживают 15—20 мин, после чего в чашку приливают 70—75 см³ горячей воды. Раствор вместе с осадком перемешивают стеклянной палочкой, дают осадку в чашке отстояться (не более 10 мин). Затем жидкость декантируют на быстро фильтрующий фильтр «белая лента». Осадок промывают 3—4 раза декантацией небольшими порциями горячей воды, перенося его на фильтр, и продолжают промывать до отсутствия в промывных водах иона хлора (проба с азотнокислым серебром).

Кремниевую кислоту выделяют вторично, выпаривая полученный фильтрат вместе с промывными водами в той же фарфоровой чашке на кипящей водяной бане досуха и повторяя при этом все предыдущие операции, за исключением промывания декантацией.

Оба фильтра с осадком кремниевой кислоты подсушивают до слегка влажного состояния, осторожно заворачивают внутрь края фильтра, закрывая этим осадок, и плотно укладывают конусом вверх в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель.

Содержимое тигля озоляют и прокаливают в лабораторной электропечи при температуре 1000—1100°С.

Охлажденный в эксикаторе тигель с осадком взвешивают и повторяют прокаливание до постоянной массы.

Прокаленный осадок обрабатывают несколькими каплями разбавленной (1 : 1) серной кислоты и 5—7 см³ фтористоводородной кислоты. Полученную смесь выпаривают досуха на воздушной бане. Затем сухой остаток солей прокаливают при постепенном повышении температуры (до 1000—1100°С) в муфельной печи в течение 15—20 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель с остатком взвешивают.

3.4.4. *Обработка результатов*

Массовую долю двуокиси кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - x)},$$

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния до испытания на чистоту, г;

m_2 — масса тигля с остатком после испытания на чистоту, г;

m — масса навески силиката натрия, г;

X — потеря массы при прокаливании (п. 3.3), %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.5. Определение массовой доли двуокиси кремния (объемный метод)

3.5.1. *Сущность метода*

Метод основан на титриметрическом определении количества гидроокиси натрия (эквивалентного кремниевой кислоте), которая образуется в нейтрализованном растворе после выделения осадка гексафторсиликата натрия в присутствии этилового спирта.

3.5.2. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75, № 118—3 или 118—4.

Шпатели платиновые по ГОСТ 6563—75, № 209—11.

Печь муфельная лабораторная с температурой нагрева не ниже 500—600°С.

Бюретки вместимостью 25 см³ по ГОСТ 20292—74.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, х. ч., обезвоженный при 600°С и охлажденный в эксикаторе.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта и 50%-ный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 1 и 0,1 н. титрованные растворы.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 1 и 0,1 н. титрованные растворы.

Метиловый красный по нормативно-технической документации, приготовление раствора по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.3. *Проведение анализа*

Навеску гидроокиси натрия массой 4—5 г взвешивают в платиновую чашку, осторожно и быстро (3—5 мин) расплавляют и охлаждают.

Затем взвешивают в бюксу навеску массой 2 г порошка силиката натрия с погрешностью не более 0,0002 г и осторожно высыпают в платиновую чашку на поверхность застывшего плава, стараясь шпателем распределить навеску по всей поверхности гидроокиси натрия. Бюксу снова взвешивают и по разности масс определяют точную навеску пробы. Чашку нагревают на электроплитке, непрерывно перемешивая смесь платиновым шпателем, и далее сплавляют при температуре 400—500°С в течение 3—5 мин. Затем чашку охлаждают и плав количественно извлекают горячей водой, сливая раствор в стакан вместимостью 300—400 см³, нагревают до полного распадения плава. Вводят в раствор несколько капель индикаторного раствора метилового красного и подкисляют раствор соляной кислотой, давая 1—2 капли в избыток, при этом раствор должен стать прозрачным.

Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и пере-

мешивают. 50 см³ подготовленного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 0,3 см³ метилового красного и нейтрализуют раствор 1 н. титрованным раствором гидроокиси натрия до перехода красной окраски в желтую, а затем уточняют нейтрализацию, вводя по каплям 0,1 н. титрованный раствор соляной кислоты до перехода желтого цвета раствора в красный.

К нейрализованному раствору добавляют (5±0,1) г фтористого натрия, перемешивают до растворения и добавляют точно отмеренный объем 1 н. раствора соляной кислоты (V_1), соответствующий взбыточному количеству, равному 5 см³, после перехода желтого цвета раствора в красный. Затем добавляют в раствор 50 см³ этилового спирта, перемешивают 1 мин, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют до метки 50%-ным этиловым спиртом и снова перемешивают.

Немногим более 100 см³ полученного раствора фильтруют в сухой стакан вместимостью 300—400 см³ через сухой складчатый фильтр «синяя лента», отбросив 3—4 см³. 100 см³ фильтрата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 0,3 см³ раствора метилового красного и титруют избыток кислоты 1 н. раствором гидроокиси натрия до перехода красного цвета раствора в желтый. Отмечают объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование (V_2).

3.5.4. *Контрольный опыт*

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 70 см³ воды, 0,8—1 г гидроокиси натрия, растворяют, помешивая, прибавляют 0,3 см³ метилового красного и нейтрализуют по каплям соляной кислотой по ГОСТ 3118—77 до изменения цвета раствора из желтого в красный. Затем уточняют нейтрализацию, добавив сначала 1 н. раствор гидроокиси натрия до появления желтой окраски раствора, а затем 0,1 н. раствором соляной кислоты доводят цвет раствора до красного.

К нейтрализованному раствору добавляют (5±0,1) г фтористого натрия, хорошо перемешивая до растворения, и добавляют точно отмеренный объем 1 н. раствора соляной кислоты (V_3), соответствующий избыточному количеству, равному 5 см³, после перехода желтого цвета раствора в красный. Затем добавляют 50 см³ этилового спирта, перемешивают 1 мин, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют до метки 50%-ным этиловым спиртом и снова перемешивают. Немногим более 100 см³ полученного раствора фильтруют в сухой стакан вместимостью 300—400 см³ через складчатый сухой фильтр «синяя лента», отбросив 3—4 см³. 100 см³ фильтрата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 0,30 см³ раствора метилового красного и титруют избыток кислоты 1 н. раствором гидроокиси натрия до перехода красного цвета раствора в желтый. Отме-

чают объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование (V_4).

3.5.5. *Обработка результатов*

Массовую долю двуокиси кремния (X'_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X'_1 = \frac{(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4) \cdot 0{,}01502 \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{50 \cdot m(100 - X)},$$

где V_1 — объем точно 1 н. раствора соляной кислоты, добавленный для проведения определения, см^3;

V_2 — объем точно 1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на обратное титрование, см^3;

V_3 — объем точно 1 н. раствора соляной кислоты, добавленный в контрольном опыте, см^3;

V_4 — объем точно 1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на обратное титрование в контрольном опыте, см^3;

0,01502 — количество двуокиси кремния, соответствующее 1 см^3 точно 1 н. раствора соляной кислоты, г;

m — масса навески, г;

X — потеря массы при прокаливании (п. 3.3), %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,6%.

3.6. Определение массовой доли окиси железа и окиси алюминия (комплексонометрический метод)

3.6.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании трилонатов железа и алюминия в условиях избытка трилона Б. Избыток трилона Б оттитровывают раствором сернокислого цинка в присутствии ацетатного буферного раствора при pH 5,2—5,8 с индикатором ксиленоловым оранжевым. Пробу предварительно разлагают смесью фтористоводородной и серной кислот.

3.6.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75, № 118—3.

Шпатели платиновые по ГОСТ 6563—75, № 209—11.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч., 25% и 10%-ные растворы.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Индикаторы: бумага конго красная по нормативно-технической документации, эриохром черный Т, приготовление по ГОСТ 4919.1—77; ксиленоловый оранжевый, приготовление по ГОСТ 4919.1—77.

Кислотный хром темно-синий, готовят следующим образом: 0,15 г индикатора растворяюг в 5 $см^3$ аммиачного буферного раствора, добавляют 20 $см^3$ этилового спирта и перемешивают.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174—77, 0,025 М раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,025 М раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,2—5,8; готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония растворяют в 300—400 $см^3$ воды (для лучшего растворения раствор подогревают), фильтруют, добавляют 10 $см^3$ уксусной кислоты, разбавляют до 1 $дм^3$ и перемешивают.

Аммиачный буферный раствор с pH 9,5—10,0; готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 $см^3$ воды, к полученному раствору прибавляют 350 $см^3$ 25%-ного раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$.

3.6.3. Приготовление титрованных растворов — по ГОСТ 10398—76, 0,025 М раствор трилона Б готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем водой до 1 $дм^3$. Растворы хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри, сосудах.

Точно 0,025 М раствор соли цинка (для установки поправки к концентрации раствора трилона Б), готовят следующим образом: 1,6345 г цинка, свежеочищенного стальным ножом от окиси, сразу же взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в фарфоровую чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в смеси 100 $см^3$ воды и 15 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом, затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3—4 $см^3$. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят объем раствора водой до метки, раствор годен в течение одного месяца.

Поправку к концентрации 0,025 М раствора трилона Б определяют по раствору соли цинка следующим образом: к 25 $см^3$ точно 0,025 М раствора соли цинка прибавляют 5 $см^3$ буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черно-

го Т или 10—12 капель раствора кислотного хрома темно-синего и 70 см³ воды.

Раствор перемешивают и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синюю (при применении эриохрома черного Т) или малиновой в неизменяющуюся синюю (при применении кислотного хрома темно-синего). Поправку к концентрации 0,025 М раствора трилона Б (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V},$$

где V — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

0,025 М раствор сернокислого цинка готовят следующим образом: 7,2 г сернокислого цинка растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Поправку к концентрации раствора определяют следующим образом: 25 см³ раствора сернокислого цинка помещают в колбу для титрования, прибавляют 70 см³ воды, 5 см³ аммиачного буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохром черного Т и титруют 0,025 М раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в синюю.

Поправку к концентрации 0,025 М раствора сернокислого цинка (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V \cdot K}{25},$$

где V — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

K — поправка к концентрации 0,025 М раствора трилона Б.

Поправку к концентрации раствора трилона Б при его использовании для определения алюминия находят следующим образом: 10 см³ трилона Б помещают в колбу для титрования, подкисляют несколькими каплями соляной кислоты, прибавляют 70 см³ воды и нагревают до 50°С. Опускают в раствор бумагу конго и прибавляют водный аммиак по каплям до покраснения бумажки. Затем добавляют 20 см³ ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения, прибавляют 10 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют 0,025 М раствором сернокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную.

Поправку к концентрации (K_2) 0,025 М трилона Б вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V \cdot K_1}{10},$$

где V — объем 0,025 М раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K_1 — поправка к концентрации 0,025 М раствора сернокислого цинка.

3.6.2; 3.6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.6.4. *Приготовление испытуемого раствора*

Навеску массой около 2 г силиката натрия взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в платиновой чашке. Параллельно проводят контрольный опыт на чистоту реактивов. Навеску смачивают водой и смешивают с 2 см³ серной кислоты и 7—10 см³ фтористоводородной кислоты. Смесь выпаривают сначала на водяной бане до полного удаления фтористоводородной кислоты, затем переносят на воздушную баню и нагревают до обильного выделения паров серной кислоты. Когда содержимое чашки превратится в сиропообразную массу, застывающую при охлаждении, нагревание прекращают.

После этого в чашку наливают 10—15 см³ воды, 3—4 см³ соляной кислоты и, помешивая стеклянной палочкой, полностью растворяют остаток солей при осторожном нагревании на водяной бане.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают чашку не менее трех раз горячей водой, сливая воду каждый раз в ту же колбу. Затем колбу с содержимым охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

3.6.5. *Проведение анализа*

50 см³ раствора, приготовленного по п. 3.6.4, переносят сухой пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ раствора трилона Б, опускают бумажку конго, добавляют 30—35 см³ воды, нагревают до 50°С и прибавляют по каплям 25%-ный водный аммиак до покраснения бумажки, а затем 10%-ный раствор водного аммиака до ярко-красного цвета бумажки. Затем прибавляют 20 см³ ацетатного буферного раствора, 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и кипятят 1—2 мин. После этого сразу же титруют раствором сернокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым, 10 капель которого предварительно добавляют в раствор. Титрование продолжают до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование (V_1). При обработке результатов необходимо учитывать результат контрольного опыта.

3.6.6. *Обработка результатов*

Массовую долю окиси железа и окиси алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{[V \cdot K_2 - (V_1 - V_2) \cdot K_1] \cdot V_3 \cdot 0{,}001275 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V_4 \cdot (100 - X)},$$

где V — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный для определения, см³;

K_2 — поправка к концентрации 0,025 М раствора трилона Б;

V_1 — объем 0,025 М раствора сернокислого цинка, израсходованный на обратное титрование, см³;

V_2 — объем 0,025 М раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

K_1 — поправка к концентрации 0,025 М раствора сернокислого цинка;

0,001275 — количество Al_2O_3, соответствующее 1 см³ точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

V_3 — общий объем анализируемого раствора, см³;

V_4 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

X — потеря массы при прокаливании по п. 3.3, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

3.7. Определение массовой доли окиси железа

3.7.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании сульфосалицилата железа, окрашенного в аммиачной среде в желтый цвет (pH8—11,5), и последующем фотоколориметрировании окрашенного раствора.

3.7.2. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 20%-ный раствор.

Метиловый красный по нормативно-технической документации, приготовление раствора по ГОСТ 4919.1—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 1 н. раствор; готовят следующим образом: 53,50 г хлористого аммония растворяют в 1 дм³ воды и, если необходимо, фильтруют.

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

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.3. *Приготовление стандартных растворов железоаммонийных квасцов*

Раствор А, содержащий 1 мг/см³ Fe_2O_3; готовят следующим образом: 6,0399 г железоаммонийных квасцов растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, подкисленной 9 см³ соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 дм³. Титр раствора устанавливают весовым методом.

Для этого из бюретки отмеряют в три стакана вместимостью 300 см³ по 10, 20, 30 см³ стандартного раствора, разбавляют до

120—150 см³ водой, нагревают до кипения и осаждают гидроокись железа аммиаком в присутствии метилового красного. Полученный осадок фильтруют через фильтр «белая лента», промывают горячим раствором 2%-ного азотнокислого аммония, в который добавлено несколько капель аммиака. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до постоянной массы при 850°С. Охлажденный в эксикаторе тигель с прокаленным осадком взвешивают и вычисляют эмпирический титр раствора по формуле

$$T_{эмп} = \frac{m}{V},$$

где m — масса прокаленной окиси железа, мг;

V — объем раствора, израсходованный для осаждения, см³.

Раствор Б, содержащий 0,1 мг/см³ Fe_2O_3; готовят разбавлением водой 100 см³ раствора А в мерной колбе до 1 дм³.

Раствор В, содержащий 0,01 мг/см³ Fe_2O_3; готовят разбавлением водой 100 см³ раствора Б в мерной колбе до 1 дм³.

3.7.4. *Построение градуировочной кривой*

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют бюреткой 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 см³ раствора Б.

В каждую колбу добавляют 10 см³ 1 н. раствора хлористого аммония, 15 см³ 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и доливают по каплям 10%-ный раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и сверх того 3 см³. Растворы перемешивают и доводят объем водой до метки.

Одновременно готовят «нулевой» раствор, не содержащий Fe_2O_3.

Вторая градуировочная кривая строится аналогично первой, но при этом берут раствор В, содержащий 0,01 мг/см³ Fe_2O_3.

Величину оптической плотности растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре, пользуясь синим светофильтром (длина волны 450 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. По полученным данным строят градуировочный график.

Величину оптической плотности откладывают по оси ординат, а соответствующие этим величинам количества Fe_2O_3 в мг — по оси абсцисс.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности трех параллельных определений.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в 3 мес, а также при замене реактивов или фотоэлектроколориметра.

3.7.5. *Проведение анализа*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 25 см³ испытуемого раствора, приготовленного по п. 3.6.4, приливают 10 см³ 1 н. раствора хлористого аммония, 15 см³ 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и аммиака сначала до устойчивого желтого окрашивания и сверх того 3 см³, после чего разбавляют водой до метки. Одновременно готовят нулевой раствор, не содержащий Fe_2O_3.

3.7.6. *Обработка результатов*

По полученной оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят содержание Fe_2O_3 в испытуемом растворе.

Массовую долю окиси железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000 \cdot (100 - X)},$$

где m_1 — содержание Fe_2O_3, найденное по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, израсходованный для фотоколориметрирования, см³;

X — потеря массы при прокаливании по п. 3.3, %.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание окиси железа, определяемое контрольным опытом.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

3.8. Определение массовой доли окиси кальция (комплексонометрический метод)

3.8.1. *Сущность метода*

Метод основан на прямом титровании трилоном Б катиона кальция в щелочной среде при pH 12 с индикатором хром темно-синим после разложения навески силиката натрия смесью кислот фтористоводородной и серной и растворения остатка в разбавленной соляной кислоте.

3.8.2. *Реактивы и растворы*

Натрий сернистый (сульфид) по ГОСТ 2053—77, 2%-ный раствор (свежеприготовленный).

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, х. ч., 2 н. раствор.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22—78, 2%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Индикатор конго красный по нормативно-технической документации.

Кислотный хром темно-синий, готовят по п. 3.6.2.

Трилон Б, 0,025 М раствор, готовят по п. 3.6.3.

Поправку к концентрации трилона Б для окиси кальция определяют по п. 3.6.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.3. *Проведение анализа*

Приготовление раствора для определения окиси кальция проводят по п. 3.6.4. Полученный раствор переносят количественно в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 2 см³ раствора сахара, добавляют воды до объема 85—90 см³, опускают индикаторную бумажку конго, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до покраснения бумажки, добавляют 2 см³ раствора сульфида натрия, перемешивают, добавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия, выдерживают раствор 1—2 мин, добавляют 8—10 капель раствора кислотного хрома темно-синего и титруют при непрерывном перемешивании раствором трилона Б до перехода малиновой окраски раствора в неизменяющуюся синюю.

3.8.4. *Обработка результатов*

Массовую долю окиси кальция (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}0014 \cdot V_3 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V_4 \cdot (100 - X)},$$

где V — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

K — поправка к концентрации 0,025 М раствора трилона Б;

0,0014 — количество CaO, соответствующее 1 см³ точно 0,025 М раствора трилона Б, г;

V_1 — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

V_3 — общий объем анализируемого раствора, см³;

V_4 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

X — потеря массы при прокаливании по п. 3.3, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли серного ангидрида (весовой метод)

3.9.1. *Сущность метода*

Метод основан на осаждении сульфат-иона в виде сернокислого бария в слабокислой среде раствором хлористого бария.

3.9.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563—75 № 100—8 и 101—8.

Печь муфельная лабораторная с температурой нагрева не ниже 900—950°С.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, х. ч., 1%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 1%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 2 н. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., разбавленная (1 : 1).

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч.

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

Метиловый оранжевый по нормативно-технической документации, приготовление раствора по ГОСТ 4919.1—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9.3. *Проведение анализа*

Навеску массой около 1 г силиката натрия взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в платиновом тигле, смешивают с 3 г безводного углекислого натрия, закрывают тигель крышкой и сплавляют в печи при температуре 900—950°С. Охлажденный сплав обрабатывают небольшими порциями горячей воды до 100 см^3 и раствор переносят в стакан вместимостью 400 см^3. Стакан, прикрыв часовым стеклом, ставят на горячую водяную баню до осветления жидкости над осадком. После этого снимают часовое стекло, отстоявшуюся жидкость фильтруют в стакан вместимостью 300—400 см^3, декантируют 3 раза горячим 1%-ным раствором углекислого натрия, а затем переносят осадок на фильтр и промывают его 2—3 раза. Фильтрат разбавляют до 200 см^3 водой, прибавляют 3—5 капель раствора метилового оранжевого, осторожно нейтрализуют соляной кислотой до изменения желтого цвета раствора в красный, после чего дают избыток 5—7 капель соляной кислоты.

Операцию нейтрализации необходимо проводить при постоянном помешивании, периодически прикрывая стакан часовым стеклом.

Слабокислый раствор нагревают до кипения и кипятят 5—10 мин при постоянном перемешивании, приливают 20 см^3 горячего раствора хлористого бария и оставляют на кипящей водяной бане в стакане, прикрытом часовым стеклом, на 2 ч и на 12 ч при комнатной температуре. Осадок сернокислого бария отфильтровывают через двойной фильтр (синяя лента) и промывают горячей водой до отсутствия в промывных водах иона хлора (проба с азотнокислым серебром). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, осторожно подсушивают, озоляют, прокаливают в муфельной печи 30—40 мин при температуре 800—850°С и после охлаждения в эксикаторе

тигель с осадком взвешивают. Прокаливают тигель до постоянной массы.

Для проверки чистоты полученного осадка его обрабатывают 1—2 каплями раствора серной кислоты и 5—6 каплями фтористоводородной кислоты. Полученную смесь выпаривают на воздушной бане досуха. Сухой остаток прокаливают снова в муфельной печи 30—40 мин при температуре 800—850°С и после охлаждения в эксикаторе тигель с осадком сернокислого бария взвешивают.

3.9.4. *Обработка результатов*

Массовую долю серного ангидрида (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 0{,}343 \cdot 100 \cdot 100}{m(100-X)},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса осадка сернокислого бария, г;

X — потеря массы при прокаливании по п. 3.3, %;

0,343 — коэффициент пересчета массы сернокислого бария на серный ангидрид.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

3.10. Определение массовой доли окиси натрия (ацидиметрический метод)

3.10.1. *Сущность метода*

Метод основан на ацидиметрическом титровании раствора, полученного после многократной обработки силиката натрия горячей водой.

3.10.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 0,1 н. раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метиловый оранжевый по нормативно-технической документации, приготовление раствора по ГОСТ 4919.1—77.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, приготовление раствора по ГОСТ 4919.1—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10.3. *Проведение анализа*

Навеску массой около 0,2 г силиката натрия взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 150—200 см^3, обрабатывают 25 см^3 нагретой до кипения водой и, прокипятив 2—3 мин, дают отстояться. После этого прозрачный раствор сливают в коническую колбу вместимостью 250 см^3.

Оставшийся в стакане осадок снова обрабатывают до полного растворения небольшими порциями по 10 см³ горячей воды, снова кипятят и сливают прозрачный раствор в ту же коническую колбу. Полноту растворения массы навески проверяют по фенолфталеину.

После охлаждения жидкость в колбе титруют раствором соляной кислоты в присутствии 3—4 капель метилового оранжевого до перехода желтой окраски в бледно-розовую.

3.10.4. *Обработка результатов*

Массовую долю окиси натрия (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V \cdot 0{,}0031 \cdot 100 \cdot 100}{m(100 - X)},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г;

X — потеря массы при прокаливании по п. 3.3, %;

0,0031 — количество окиси натрия, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4%.

3.11. Определение силикатного модуля

Силикатный модуль — отношение числа грамм-молекул двуокиси кремния к числу грамм-молекул окиси натрия.

Силикатный модуль (X_7) вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{X_1}{X_6} \cdot 1{,}0323,$$

где X_1 — массовая доля двуокиси кремния (п. 3.4 или п. 3.5), %;

X_6 — массовая доля окиси натрия (п. 3.10), %;

1,0323 — отношение молекулярной массы окиси натрия к молекулярной массе двуокиси кремния.

4. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Силикат натрия транспортируют насыпью без упаковки.

4.2. Силикат натрия транспортируют в крытых железнодорожных вагонах или по согласованию с потребителем, автотранспортом, в полувагонах и на платформах.

4.3. Силикат натрия должен храниться в крытых помещениях с твердым покрытием пола.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие всего поставляемого силиката натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения растворимого силиката натрия — 3 мес со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения продукт перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 01 03.88 Подп. в печ. 24.06.88 1,5 усл. п. л. 1,5 усл. кр.-отт. 1,37 уч.-изд. л.
Тираж 4000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 1049.

gost.e-ecolog.ru