УДК 622.354.3-492 : 546.284.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения двуокиси кремния

Talc and talcmagnesite.
Method for determination of silicon dioxide

ГОСТ 19728.3—74*

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 весовой метод определения двуокиси кремния.

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из солянокислого раствора после разложения навески пробы спеканием с безводным углекислым натрием, прокаливании и отгонки ее в виде четырехфтористого кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения двуокиси кремния — по ГОСТ 19728.0—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную, обеспечивающую нагрев до 1000°С;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1 и 1 : 50;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—78;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

gost.e-ecolog.ru

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор, приготовленный следующим образом: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 100 см³ воды и оставляют на 30 мин, периодически перемешивая. Затем стакан помещают в горячую воду и растворяют желатин при перемешивании.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы талька или талькомагнезита массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 1 г углекислого натрия и спекают при 850—900°С в течение 20—30 мин.

Допускается сплавление навески талька с пяти-, шестикратным количеством углекислого натрия при 900—1000°С в течение 2—3 ч. Спек охлаждают, приливают 5—6 см³ горячей воды, через 5—10 мин тщательно раздавливают спек на мелкие кусочки, затем переносят его в стакан вместимостью 200 см³ и приливают 30 см³ разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. Тигель ополаскивают той же кислотой до полного растворения остатка, затем горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан.

Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают раствор, не доводя до кипения, до полного разложения спека. Стекло снимают, обмывают водой и выпаривают раствор до 10 см³. Затем приливают 30 см³ соляной кислоты, перемешивают, приливают 10 см³ 1%-ного раствора желатина, снова перемешивают и оставляют на 10 мин при 70—80°С. Далее приливают 50 см³ горячей воды, перемешивают и фильтруют раствор через неплотный беззольный фильтр «красная лента». Стенки стакана обмывают водой, тщательно удаляют приставшие к стенкам стакана частички кремниевой кислоты и присоединяют к осадку. Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячей разбавленной 1 : 50 соляной кислотой, затем 8—10 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, не допуская воспламенения фильтра, и прокаливают при 950—1000°С в течение 40 мин, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, приливают 2—3 капли серной кислоты и 6—10 см³ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают досуха и остаток прокаливают при 950—1000°С до постоянной массы. Остаток в тигле сплавляют с 2 г пиросернокислого калия, охлаждают, растворяют в 10—15 см³ разбавленной 1 : 50 соляной кислоты и присоединяют к фильтрату после отделения кремниевой кислоты.

К раствору приливают 10 см³ азотной кислоты и кипятят для

разрушения желатина в течение 30—40 мин до исчезновения запаха окислов азота.

Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой, перемешивают и используют для определения общей массовой доли железа, кальция, магния, алюминия и титана.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса осадка с тиглем до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса осадка с тиглем после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,4% — при массовой доле двуокиси кремния до 60% и 0,6% — при массовой доле двуокиси кремния свыше 60%.

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 19728.3—74 Тальк и талькомагнезит. Метод определения двуокиси кремния

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: «**двуокиси кремния**» на «**оксида кремния (IV)**; «silicon dioxide» на «cilicon oxide (IV)».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает весовой метод определения оксида кремния (IV)».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения анализа применяют:

электропечь сопротивления камерную по ОСТ 16.0.801.397—87, обеспечивающую нагрев до 1100 °С;

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

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

(Продолжение см. с. 86)

кальций хлористый плавленый;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:1 и 1:50;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;
калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;
желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор концентрации 1 г в 100 $см^3$ воды, приготовленный следующим образом: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 100 $см^3$ воды и оставляют на 30 мин, периодически помешивая. Затем стакан помещают в горячую воду и растворяют желатин при перемешивании».

Пункт 4.1. Заменить слово: «двуокиси» на «оксид».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,4 % — при массовой доле оксида кремния (IV) до 60,0 % и 0,6 % при массовой доле оксида кремния (IV) свыше 60,0 %».

(ИУС № 5 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru