МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Определение оксида кремния (IV)

Издание официальное

БЗ 1—2000/765

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 13 «Неметаллоруд»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республика Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. № 300-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.3—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 19728.3—74

© ИПК Издательство стандартов, 2001

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Аппаратура, реактивы и растворы 2
5 Проведение анализа 2
6 Обработка результатов. 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Определение оксида кремния (IV)

Talc and talcomagnesite.
Method for determination of silicon (IV)

Дата введения 2002—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает весовой метод определения оксида кремния (IV).

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная

ГОСТ 11293—89 Желатин пищевой. Технические условия

ГОСТ 19728.0—2001 Тальк и талькомагнезит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19730—74 Тальк и талькомагнезит. Метод отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 Общие требования

3.1 Отбор проб — по ГОСТ 19730.

3.2 Общие требования к методу определения оксида кремния (IV) — по ГОСТ 19728.0.

Издание официальное

4 Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до 1000 °С.
Тигли платиновые по ГОСТ 6563.
Чаши фарфоровые по ГОСТ 9147.
Стаканы по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.
Эксикатор по ГОСТ 25336.
Кальций хлористый, прокаленный при температуре 700—800 °С, для заполнения эксикатора.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:50.
Кислота серная по ГОСТ 4204.
Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, высушенный при 150—170 °С.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор концентрации 0,1 г/дм³, приготовленный следующим образом: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ воды и оставляют на 30 мин, периодически помешивая. Затем стакан помещают в горячую воду и растворяют желатин при перемешивании.

5 Проведение анализа

5.1 Навеску пробы талька, талькомагнезита или микроталька массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 1 г углекислого натрия и спекают при (850±50) °С в течение 20—30 мин.

Допускается сплавление пробы с пяти-, шестикратным количеством углекислого натрия при (950±50) °С в течение 2—3 ч.

Спек охлаждают, приливают 5—6 см³ горячей воды, через 5—10 мин тщательно раздавливают спек на мелкие кусочки, переносят его в стакан (чашу фарфоровую) вместимостью 200 см³ и приливают 30 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты. Тигель ополаскивают той же кислотой до полного растворения остатка, затем ополаскивают горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают раствор на водяной бане, 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 раствора желатина, снова перемешивают и фильтруют раствор через неплотный фильтр «красная лента» в колбу вместимостью 250 см³. Стенки стакана обмывают водой, тщательно удаляют приставшие частички кремниевой кислоты и присоединяют их к осадку. Осадок на фильтре промывают два—три раза горячей разбавленной 1:50 соляной кислотой, затем 8—10 раз горячей водой.

5.2 Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, не допуская воспламенения фильтра, и прокаливают при (950±50) °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±50) °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 запахов окислов азота.

Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой, перемешивают и используют для определения оксидов железа, кальция, магния, алюминия и титана.

5.3 Допускается проводить анализ без осаждения кремниевой кислоты раствором желатина и, соответственно, его разрушения азотной кислотой. В этом случае содержимое стакана (чаши) упаривают досуха. Перед фильтрованием добавляют 20—25 см³ концентрированной соляной кислоты, через 10 мин 50 см³ горячей воды. Далее анализ продолжают, как указано в 5.1.

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю оксида кремния X, %, 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.

6.2 Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,4 % при массовой доле оксида кремния (IV) до 60 % и 0,6 % — при массовой доле оксида кремния (IV) более 60 %.

УДК 622.354.3—492:546.723—31.06:006.354 МКС 73.080 А59 ОКСТУ 5709

Ключевые слова: тальк, талькомагнезит, микротальк, оксид кремния (IV), метод определения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Н.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.08.2001. Подписано в печать 24.09.2001. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45.
Тираж 285 экз. С 2117. Зак. 875.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru