Издание официальное

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совнаркоме Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СИЛИКАТ НАТРИЯ РАСТВОРИМЫЙ (силикат-глыба)	ГОСТ 917—41* Группа Л14

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 3 коп.

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ И НАЗНАЧЕНИЕ

1. Силикат натрия растворимый (силикат-глыба) представляет собой твердый аморфный сплав растворимого стекла.

Силикат-глыба применяется для изготовления жидкого стекла.

II. КЛАССИФИКАЦИЯ

2. В зависимости от исходных материалов, применяемых для варки силикат-глыбы, последняя подразделяется

а) на содовую,

б) на содово-сульфатную,

в) на сульфатную.

III. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

3. Химический состав и модуль силиката натрия должны соответствовать следующим показателям табл. 1.

Таблица 1

Название показателей	Виды силикат-глыбы		
	Содовая	Содово-сульфатная	Сульфатная
1. Химический состав в %:			
а) кремнезем (ангидрид кремневой кислоты—SiO_2)	71,5—73	70—72,50	70—72,50
б) окись железа и окись алюминия ($Fe_2O_3+Al_2O_3$) не более	0,70	1,20	1,5—2,0
в) окись кальция (CaO) не более	0,40	0,60	0,80
г) серный ангидрид (SO_3) не более	0,36	1,50	2,00
д) окись натрия (Na_2O)	26—27,50	25—27,50	25—27,50
2. Модуль силиката натрия . .	2,65—3,00	2,63—3,00	2,63—3,00

Примечания:

1. Под модулем подразумевают отношение числа грамм-молекул, кремнезема (SiO_2) к числу грамм-молекул окиси натрия (Na_2O) в продукте, вычисляемое по формуле:

$$M=\frac{A}{D}\cdot 1{,}032,$$

Внесен Народным комиссариатом промышленности строительных материалов СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 28/VI 1941 г.	Срок введения 1/IX 1941 г.

...ание (с изменениями, внесенными в стандарт). Июль 1963 г.

gost.e-ecolog.ru

где:

A — процентное содержание SiO_2,

D — процентное содержание Na_2O,

1,032 — отношение молекулярного веса окиси натрия к молекулярному весу кремнезема.

2. Для флотации, изготовления фарфоровых изделий, для нефтеперерабатывающей промышленности, для целей придания кислотостойкости материалам и изделиям допускается производство силикат-глыбы содовой, содово-сульфатной и сульфатной с модулем и химическим составом, устанавливаемым по согласованию между поставщиком и потребителем.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 2 1956 г.).

IV. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4. Партией считается 16 *т* продукта. Количество меньше 16 *т* считается также за партию.

5. От каждой партии силикат-глыбы соответствующего наименования отбирают из трех разных мест (верх, середина, низ) среднюю пробу общим весом не менее 50 *кг*. При отборе проб куски силикат-глыбы должны быть по наибольшему измерению не более 30—40 *мм*.

Все отобранные пробы соединяют вместе и перемешивают.

Методом деления на квадранты отбирают среднюю пробу общим весом не менее 3 *кг*.

Отобранную таким образом среднюю пробу тщательно перемешивают и делят на две равные части. Одну из них подвергают анализу, а другую помещают в чистую, сухую, стеклянную банку, наклеивают этикетку с указанием даты отбора пробы и названием вида силикат-глыбы, опечатывают и хранят в течение 3 месяцев на случай арбитражного анализа.

V. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

6. Из отобранной средней пробы все навески для анализа берут в один и тот же час.

7. Из отобранной средней пробы силикат-глыбы отбирают квартованием около 10 *г* вещества, которое быстро растирают в агатовой ступке до тончайшего порошка и хранят в небольшой широкогорлой банке (емкостью не более 100 *мл*) с хорошо запарафинированной пробкой или в хорошо герметизированном стаканчике для взвешивания (бюксе). Полученный порошок предназначен для производства последующих испытаний.

8. Определение содержания кремнезема (ангидрида кремневой кислоты — SiO_2).

Навеску около 1 *г* порошка силикат-глыбы взвешивают в стеклянном бюксе на аналитических весах и осторожно высыпают в фарфоровую чашку диаметром 12,5 *см*. Опорожненный бюкс тотчас же взвешивают и по разности между весом бюкса с порошком силикат-глыбы и опорожненного бюкса вычисляют величину навески.

Накрыв чашку часовым стеклом, обрабатывают навеску возможно меньшим объемом горячей воды, кипячением лишенной углекислого газа. Чашку помещают на сетку и осторожно кипятят навеску в течение 15—30 *мин* (до ее растворения), после чего в раствор, при частом помешивании стеклянной пестикообразной палочкой, вводят из капельницы 25 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), чашка при этом должна быть накрыта часовым стеклом. Не снимая стекла, чашку с содержимым помещают на водяную баню. После кипячения часовое стекло снимают и обмывают его и края чашки дистиллированной водой из промывалки.

Полученный раствор вместе с выделившимся осадком геля кремнекислоты выпаривают досуха на кипящей водяной бане. Образующийся в конце выпаривания твердый остаток осторожно растирают упомянутой выше стеклянной палочкой, которая все время должна находиться в чашке. Нагревание на водяной бане продолжают до полного исчезновения запаха хлористого водорода при наличии сухого остатка, растертого до порошкообразного состояния, и сверх этого еще 2 *ч*—для более полного обезвоживания кремневой кислоты.

Высушенный таким образом и охлажденный остаток смачивают до влажного состояния соляной кислотой (уд. в. 1,19), после чего в чашку приливают возможно минимальный объем нагретой до кипения воды. Раствор вместе с осадком перемешивают в чашке стеклянной палочкой, дают осадку отстояться (не более 10 *мин*) и декантируют жидкость, находящуюся над осадком, на быстро фильтрующий фильтр (белая или красная лента) диаметром 9 *см*. Осадок промывают 3—4 раза декантацией небольшими порциями горячей воды, переносят его на фильтр и продолжают промывание до отрицательной реакции промывных вод на Cl' (проба с $AgNO_3$).

Выделение кремневой кислоты производят 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, т. е. растирание сухого остатка, высушивание, смачивание соляной кислотой и т. д., за исключением промывания декантацией.

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

Тигель устанавливают на фарфоровом треугольнике в слегка наклонном положении и прикрывают крышкой, оставив небольшое отверстие для выхода паров воды и продуктов сгорания фильтров.

Нагревание вначале ведут осторожно на возможно малом пламени горелки, избегая воспламенения фильтров. После прекращения выделения паров воды и дыма пламя постепенно увеличивают и, когда произойдет полное озоление фильтров, осадок сильно прокаливают в течение 45—60 *мин* на полном пламени двух горелок Теклю при закрытом тигле.

По охлаждении в эксикаторе тигель с осадком взвешивают и повторяют прокаливание на полном пламени двух горелок Теклю или на паяльной горелке до постоянного веса.

Процентное содержание кремнезема (ангидрида кремневой кислоты — SiO_2) A вычисляют по формуле:

$$A = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a — вес осадка ангидрида кремневой кислоты в *г*,

b — навеска силикат-глыбы в *г*.

9. Определение суммы содержания окислов алюминия и железа ($Al_2O_3 + Fe_2O_3$).

Фильтрат, полученный после выделения кремнекислоты, доводят выпариванием до объема приблизительно в 50—100 *мл*, прибавляют к горячей жидкости 2—3 капли концентрированной азотной кислоты (уд. в. 1,40) и 2 *г* NH_4Cl; полученный раствор нагревают до кипения и, прибавив несколько капель раствора метилового красного, осаждают гидроокиси алюминия и железа 10%-ным раствором аммиака, прибавляемым по каплям при помешивании до ясного перехода розового цвета жидкости в желтый. Жидкость с осадком выдерживают на водяной бане, пока осадок соберется в крупные хлопья и жидкость над ним сделается прозрачной.

Фильтруют прозрачный раствор через беззольный фильтр диаметром 7 *см*. Чтобы осадок гидроокисей не задерживался на стенках стакана, тотчас же после сливания через фильтр последних порций раствора осадок смывают на фильтр горя-

чей промывной жидкостью. После перенесения всего осадка на фильтр промывают края фильтра и осадок до отрицательной реакции промывных вод на Cl' (проба с $AgNO_3+HNO_3$), применяя в качестве указанной уже выше промывной жидкости горячий 2%-ный раствор азотнокислого аммония, нейтрализованный по метиловому красному аммиаком.

Тщательно промытый осадок переносят вместе с фильтром в заранее прокаленный и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, осторожно подсушивают, озоляют и наконец сильно прокаливают при наклонно-поставленном открытом тигле до постоянного веса.

Процентное содержание суммы окислов алюминия и железа ($Al_2O_3+Fe_2O_3$) B вычисляют по формуле:

$$B=\frac{a\cdot 100}{b},$$

где:

a — вес осадка суммы окислов алюминия и железа в *г*,

b — навеска силикат-глыбы в *г*.

10. Определение содержания окиси кальция (CaO).

Фильтрат, полученный после отделения осадка гидроокисей алюминия и железа, выпаривают до объема приблизительно 100 *мл* и подкисляют до ясно розового окрашивания жидкости несколькими каплями ледяной уксусной кислоты.

Нагрев раствор до кипения и подкислив его еще 15 каплями ледяной уксусной кислоты, приливают его небольшими порциями при постоянном и энергичном помешивании стеклянной палочкой к нагретому во втором стакане до кипения 0,5 н раствору щавелевокислого аммония, взятому в количестве 20 *мл*. Ополоснув стакан, в котором находился испытуемый раствор, несколько раз горячей дистиллированной водой, раствор с осадком щавелевокислого кальция помещают на два часа на водяную баню, изредка помешивая его при помощи стеклянной палочки.

После двухчасового отстаивания осадок отфильтровывают через два плотных фильтра (синяя лента) и промывают холодной 3%-ной уксусной кислотой (раствор для промывания осадка щавелевокислого кальция готовят растворением в 970 *мл* дистиллированной воды 30 *мл* ледяной уксусной кислоты и 1 *г* щавелевокислого аммония) до отрицательной реакции промывных вод на Cl' (проба с $AgNO_3+HNO_3$).

Влажный фильтр с осадком помещают конусом вверх в заранее прокаленный и взвешенный платиновый или фарфо-

ровый тигель и, закрыв тигель крышкой, осторожно подсушивают, озоляют и наконец сильно прокаливают до постоянного веса при температуре 1000—1100°С.

Процентное содержание окиси кальция C вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a — вес осадка окиси кальция в *г*,

b — навеска силикат-глыбы в *г*.

11. Определение содержания окиси натрия (Na_2O).

Процентное содержание окиси натрия, связанной в виде силиката, может быть найдено титрованием 0,1 *н* соляной кислотой водного раствора навески силикат-глыбы.

Для этого навеску силикат-глыбы, около 0,2 *г*, взятую таким же методом, как и при определении SiO_2, помещают в стакан емкостью 150—200 *мл*, обрабатывают 25 *мл* свежепрокипяченной горячей дистиллированной воды, стакан накрывают часовым стеклом и, прокипятив 2—3 *мин* на электрической плитке, остатку нерастворившейся силикат-глыбы дают отстояться, после чего прозрачный раствор осторожно сливают в коническую колбу емкостью 250 *мл*.

Остаток нерастворившейся силикат-глыбы снова обрабатывают до полного растворения небольшими порциями по 10 *мл* горячей воды, снова кипятят и сливают прозрачный раствор в коническую колбу.

После полного растворения навески силикат-глыбы стенки стакана обмывают горячей водой, сливая промывную жидкость в ту же колбу.

По охлаждении жидкость в колбе титруют 0,1 *н* соляной кислотой в присутствии 3—4 капель метилового оранжевого (0,2% водного раствора) до перехода окраски из желтой в бледно-розовую.

Процентное содержание окиси натрия D вычисляют по формуле:

$$D = \frac{a \cdot k \cdot 0{,}0031 \cdot 100}{b},$$

где:

a — объем практически 0,1 *н* раствора соляной кислоты, затраченного при титровании, в *мл*,

k — коэффициент нормальности этой кислоты,

b — навеска силикат-глыбы в *г*.

12. Определение содержания серного ангидрида (SO_3).

В платиновом тигле отвешивают на аналитических весах около 1 *г* тонко растертой в агатовой ступке силикат-глыбы и смешивают эту навеску с 3 *г* безводной, свободной от сульфата соды и несколькими маленькими кристалликами азотнокислого калия.

Закрыв тигель крышкой, вставляют его на $^3/_4$ в отверстие наклонно поставленного асбестового картона и осторожно сплавляют содержимое тигля до прекращения выделения пузырьков CO_2. Охлажденный сплав обрабатывают небольшими порциями горячей воды, перенося каждый раз с помощью стеклянной палочки получаемые растворы с осадком в стакан.

По выщелачивании сплава из тигля и споласкивании последнего и его крышки водой содержимое стакана доводят разбавлением водой до объема приблизительно 75 *мл*, и стакан, прикрытый часовым стеклом, ставят на горячую водяную баню для окончательного растворения могущих остаться отдельных кусочков сплава, после чего отстоявшуюся жидкость сливают через беззольный фильтр (белая полоса) диаметром 7 *см* и промывают осадок горячим 1%-ным раствором Na_2CO_3 сначала три раза декантацией, а затем, перенеся осадок посредством 2—3 смываний из стакана на фильтр, промывают его на фильтре 2—3 раза.

Фильтрат разбавляют водой до объема 200—250 *мл*, осторожно нейтрализуют по метиловому оранжевому и подкисляют несколькими каплями 2 н HCl. Операцию нейтрализации и подкисления необходимо производить при постоянном помешивании, прикрыв стакан часовым стеклом.

Подкисленный раствор нагревают до кипения, приливают к нему 10 *мл* горячего 0,5 н раствора хлористого бария и оставляют в прикрытом стакане сначала на 2 *ч* на кипящей водяной бане, а затем при обыкновенной комнатной температуре (20±5°С) на ночь. По истечении указанного времени выпавший осадок сернокислого бария отфильтровывают через два плотных фильтра (синяя полоса) и промывают горячей водой до отрицательной реакции промывных вод на Cl' (проба с $AgNO_3$). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, осторожно подсушивают, озоляют, остаток слабо прокаливают (темно-красное каление дна тигля) непродолжительное

время и, по охлаждении в эксикаторе, тигель с осадком взвешивают.

Осадок в тигле обрабатывают 1—2 каплями раствора H_2SO_4 (1 : 1) и 5—6 каплями плавиковой кислоты (40%).

Установив тигель на кипящей водяной бане, удаляют выпариванием плавиковую кислоту; по исчезновении паров последней тигель переносят на воздушную баню и, вначале осторожно, а под конец несколько усилив нагревание, удаляют избыток H_2SO_4. Когда прекратится выделение паров, образующихся при разложении серной кислоты, сухой остаток в тигле слабо прокаливают, как указано выше, и по охлаждении в эксикаторе тигель с осадком $BaSO_4$ взвешивают.

Полученный вес $BaSO_4$ пересчитывают на процентное содержание SO_3 E по формуле:

$$E=\frac{a \cdot 0{,}3430 \cdot 100}{b},$$

где:

a — вес осадка $BaSO_4$ в *г*;

b — навеска силикат-глыбы в *г*.

В случае пересчета результатов определения на процентное содержание серы F вместо множителя 0,3430 применяют множитель 0,1373:

$$F=\frac{a \cdot 0{,}1373 \cdot 100}{b}.$$

13. Определение потери при прокаливании. В предварительно прокаленном и взвешенном платиновом или фарфоровом тигле отвешивают на аналитических весах около 1 *г* порошка силикат-глыбы.

Тигель с навеской помещают внутрь установленного на фарфоровом треугольнике другого фарфорового тигля диаметром 5,5 *см* и высотой 4,2 *см*. Внешний тигель нагревают полным пламенем горелки Теклю в течение 30 *мин*, после чего тигель с навеской охлаждают и взвешивают.

Для того, чтобы убедиться в достижении постоянного веса, снова повторяют прокаливание в двойном тигле в течение 20 *мин*.

В случае отсутствия в лаборатории газа, прокаливание производят в электрической муфельной печи при 400°С до постоянного веса.

Величину потери при прокаливании в процентах G вычисляют по формуле:

$$G=\frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a — потеря в весе навески после прокаливания в *г*,

b — навеска силикат-глыбы в *г*.

Значение потери при прокаливании не должно входить в сумму анализа.

Примечание. Все результаты анализа силикат-глыбы следует пересчитать на обезвоженное вещество, для чего пользуются следующей формулой:

$$n=\frac{m \cdot 100}{100-g},$$

где:

m — определенное анализом и выраженное в % содержание того или иного компонента силикат-глыбы в воздушно-сухом веществе,

g — потеря при прокаливании в %,

n — выраженное в процентах содержание того или иного компонента силикат-глыбы в обезвоженном веществе.

VI. ПАСПОРТИЗАЦИЯ

14. Каждую отправляемую партию независимо от ее веса снабжают за подписью ОТК паспортом, в котором указывают: номер и дату его составления, наименование и адрес завода-изготовителя, название вида силикат-глыбы, химический состав и модуль, вес и обозначение номера настоящего стандарта.

VII. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

15. При хранении и транспортировании продукта должна быть обеспечена гарантия от смешивания различных видов силикат-глыбы и ее загрязнения.

При повагонной отправке силикат-глыба транспортируется навалом в предварительно очищенных от загрязнения вагонах или платформах; при отправке железнодорожным транспортом мелкими партиями продукт транспортируется в плотной деревянной таре.

Примечание. Содовая силикат-глыба при повагонной отправке должна транспортироваться в крытых вагонах.

Стандартгиз. Москва. Сдано в наб. 20/VI-63 г. Подп. к печ. 24/VIII-63 г. 0,625 п. л.

Тир. 3000. Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1613

gost.e-ecolog.ru