

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 3594.0-77 – ГОСТ 3594.12-77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 3594.0-77 — ГОСТ 3594.12-77

Издание официальное

Москва — 1982

© Издательство стандартов, 1982

УДК 666.32:546.284-31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ

Методы определения содержания двуокиси кремния

Moulding clay. Methods for the determination of silica content

ГОСТ 3594.1—77

Взамен
ГОСТ 3594—62
в части разд. VII, п. 57

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27 декабря 1977 г. № 3068 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на комовые и молотые глины и устанавливает весовой и фотоколориметрический методы определения содержания двуокиси кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам испытания — по ГОСТ 3594.0—77.

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из солянокислого раствора после разложения навески пробы спеканием с карбонатом натрия и отгонки ее в виде четырехфтористого кремния.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения испытания применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000—1100°С;

весы аналитические 1-го класса точности с разновесами;

тигли платиновые № 100—7 и 100—10 по ГОСТ 6563—75;

чашки фарфоровые выпарные по ГОСТ 9147—80;

баню водяную или песчаную;

плитку электрическую с закрытой спиралью;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание Март 1982 г

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1 и 1%-ный раствор;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

кислоту фтористоводородную, 40%-ный раствор;

желатин пищевой по ГОСТ 11233—65, 1%-ный раствор, приготовленный следующим образом: 1 г желатина растворяют в 100 см³ нагретой до 70°С воды и нагревают на водяной бане до полного растворения;

кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—77, прокаленный при 700—800°С.

2.2. Проведение испытания

2.2.1. Навеску глины массой 0,5 г помещают в платиновый тигель и прокаливают при 700—800°С в течение 10—20 мин.

К прокаленной навеске прибавляют 5 г безводного углекислого натрия, перемешивают, закрывают тигель крышкой и сплавляют в муфельной печи в течение 30 мин, постепенно повышая температуру до 950—1000°С.

Тигель с крышкой охлаждают на воздухе, плав переносят в фарфоровую чашку диаметром 12—15 см вместимостью 200 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и накрывают часовым стеклом. Для ускорения разложения чашку помещают на водяную баню и нагревают до полного растворения плава (прекращение выделения пузырьков). После этого снимают часовое стекло, обмывают стекло, крышку тигля и тигель водой над чашкой и выпаривают раствор на водяной бане до «влажных солей». К сухому остатку приливают 25—30 см³ соляной кислоты, перемешивают стеклянной палочкой, покрывают чашку часовым стеклом и нагревают на водяной бане до 60—70°С в течение 10 мин. К горячему раствору приливают по каплям 5 см³ свежеприготовленного раствора желатина при помешивании, помещают на горячую водяную баню на 5—10 мин для полного взаимодействия желатина с кремниевой кислотой. Приливают 25—30 см³ горячей воды, перемешивают и оставляют на водяной бане 5—8 мин до полного осаждения геля кремниевой кислоты и отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 250 см³. Осадок переносят на фильтр двух-трехкратным обмыванием чашки 1%-ным раствором соляной кислоты. Чашку очищают от частиц кремниевой кислоты кусочком беззольного фильтра, присоединяют его к осадку на фильтре. Осадок промывают 5—6 раз 1%-ным раствором соляной кислоты, затем 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в прокаленный платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, прокаливают при 1000°С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Прокаленный осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 0,5 см³ серной кислоты и 8—10 см³ 40%-ной фтористоводородной кислоты. Раствор выпаривают на закрытой электроплитке или песчаной бане досуха. Затем тигель с сухим остатком помещают в муфельную печь и прокаливают при 1000—1100°С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия при 850—900°С в течение 5 мин. Плав охлаждают, растворяют в соляной кислоте, раствор присоединяют к фильтрату, в котором определяют массовые доли окисей кальция и магния, суммы окисей алюминия, железа и двуокиси титана.

2.3. Обработка результатов

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

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

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

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

m — масса навески глины, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,40% при массовой доле двуокиси кремния до 60% и 0,60% при массовой доле двуокиси кремния свыше 60%.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное значение величины, определение повторяют.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании синего комплексного соединения кремния с молибденовокислым аммонием при pH 1,5 и фотометрировании окрашенного раствора.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения испытания применяют:

фотоэлектроколориметр;

тигли платиновые № 100—7 и 100—10 с крышками по ГОСТ 6563—75;

весы аналитические;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000—1100°С;

баню водяную;

стаканы полимерные вместимостью 250 см³;

стандартные образцы с массовой долей двуокиси кремния от 40 до 90%;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

натрий тетраборнокислый (бура);

смесь для сплавления, приготовленную следующим образом: 8—10 г буры в фарфоровой чашке помещают в муфельную печь. Повышают температуру до 300—400°С в течение 2 ч и выдерживают буру при этой температуре в течение 4 ч. Две весовые части безводного углекислого натрия и одну весовую часть обезвоженной буры тщательно истирают в яшмовой или форфоровой ступке до однородного состояния и хранят в стеклянной банке с притертой пробкой;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 3;

кислоту винную по ГОСТ 5817—77, 10%-ный раствор;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный раствор, приготовленный следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 500—600 см³ кипящей воды и доливают водой до объема 1 дм³. Раствор охлаждают и отфильтровывают. Хранят в полиэтиленовом сосуде;

натрий сернокислый (сульфат натрия) безводный по ГОСТ 429—76;

метол (н-метиленоминофенолсульфат);

смесь восстановительную, приготовленную следующим образом: 6,5 г безводного сернокислого натрия и 10 г метола растворяют в 500 см³ воды.

3.2. Проведение испытания

3.2.1. Навеску глины массой 0,1 г сплавляют с 3 г смеси углекислого натрия и буры, взвешенной с погрешностью ±0,02 г в платиновом тигле в муфельной печи при 900°С в течение 20 мин до получения прозрачного плава.

Плав охлаждают, переносят в стакан из полимерного материала вместимостью 100 см³ и разлагают плав горячей водой при перемешивании полимерной палочкой. Можно оставить плав до полного разложения. К полученному раствору приливают 100 см³ соляной кислоты 1 : 3. После растворения гидроокисей раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2.2. От анализируемого раствора отбирают аликвотную часть объемом 5 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³. Приливают 50—60 см³ воды, 5 см³ 5%-ного раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 8—10 мин для развития желтой окраски кремнемолибденовой гетерополикислоты. Этот комплекс устойчив не более 15 мин, поэтому добавлять раствор молибдата аммония более чем в пять колб одновременно не следует. Затем приливают по 5 см³ 10%-ного раствора винной кисло-

ты, перемешивают и через 1—2 мин приливают 20 см^3 восстановительной смеси, доливают водой до метки.

Оптическую плотность раствора измеряют через 4 ч на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр № 14 в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 5 мм. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт, начиная со сплавления.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По значению оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание двуокиси кремния по градуировочному графику.

3.2.3. Для построения градуировочного графика используют 8—10 стандартных растворов, приготовленных из стандартных образцов номер 1, 3, 44, 56, 60, 79, 80, 112, 190, 194, 216, 233, 267, 278 СГ СТ СГД. Можно также использовать контрольные образцы ВИМС № 154 и 155 и их смеси. Образец № 56 можно использовать для приготовления нескольких стандартных растворов, отбирая разные навески.

Берут навеску каждого образца массой 0,1 г и готовят раствор, как указано в п. 3.2.1. Хранят стандартные растворы в полимерной посуде с крышками. Оптическую плотность каждого раствора измеряют, как указано в п. 3.2.2.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности и известной массовой доле двуокиси кремния строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю двуокиси кремния в процентах, на оси ординат соответствующее значение оптической плотности.

3.2.4. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,40% при массовой доле двуокиси кремния до 60% и 0,60% при массовой доле двуокиси кремния свыше 60%.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное значение величины, определение повторяют.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Изменение № 1 ГОСТ 3594.1—77 Глины формовочные. Методы определения содержания двуокиси кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.83 № 5590 срок введения установлен

с 01.03.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 4191.

Вводную часть дополнить словами: «При возникновении разногласий в оценке качества формовочных глин по содержанию двуокиси кремния контрольное определение проводят весовым методом».

Раздел 2. Заменить слова: «навески пробы» на «навески глины».

Пункт 2.1.1 после слов «плитку электрическую с закрытой спиралью» дополнить абзацами: «колбы мерные по ГОСТ 1770—74; стекло часовое»;

(Продолжение см. стр. 72)

заменить ссылку: ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 2.2.1. Третий абзац. Исключить слова: «вместимостью 250 $см^3$».

Пункт 2.3.2. Второй абзац дополнить словами «на новых навесках»; третий абзац. Заменить слово: «параллельных» на «повторных».

Пункт 3 1.1 после слов «баню водяную» дополнить абзацем: «колбы мерные по ГОСТ 1770—74»; после слова «(бура)» дополнить ссылкой: «по ГОСТ 4199—76».

Пункты 3.2.1, 3.2.2. Исключить слова: «вместимостью 100 $см^3$».

Пункт 3.2.4 Второй абзац дополнить словами: «на новых навесках»; третий абзац. Заменить слово: «параллельных» на «повторных».

(ИУС № 2 1984 г.)

gost.e-ecolog.ru