Межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.3-2001 "Тальк и талькомагнезит. Определение оксида кремния (IV)" (введен в действие постановлением Госстандарта РФ от 30 июля 2001 г. N 300-ст)

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

Дата введения 1 марта 2002 г.

Взамен ГОСТ 19728.3-74

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.

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 плати новый 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

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

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%.