Государственный стандарт Союза ССР ГОСТ 23260.4-78 "Мрамор. Метод определения содержания двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа" (утв. постановлением Госстандарта СССР от 23 августа 1978 г. N 2312)

Marble. Method for the determination of silicon dioxide, aluminium oxide and ferric oxide

Срок действия установлен с 1 января 1980 г. до 1 января 1985 г.

Взамен ГОСТ 4416-73 в части пп. 4.5 и 4.6; ГОСТ 16426-70 в части п. 5.3

Настоящий стандарт распространяется на естественный мрамор в виде блоков, кусков, крошки, порошка и устанавливает метод определения содержания двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа.

Метод основан на растворении навески мрамора в соляной кислоте, отделении нерастворимых в кислоте веществ, осаждении алюминия и железа аммиаком с последующим взвешиванием их в виде окисей до и после отгонки кремниевой кислоты в виде четырехфтористого кремния.

1. Общие требования

1.1. Общие требования к методу определения содержания двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа - по ГОСТ 23260.0-78.

2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484-73.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-64, разбавленный 1 : 2.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-67.

Метиловый красный по ГОСТ 5853-51, индикатор, готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 100 мл 60%-ного раствора спирта.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867-77, 2%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, 1%-ный раствор.

3. Проведение анализа

3.1. Навеску мрамора массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150-200 мл, смачивают водой, прикрывают стакан часовым стеклом и постепенно приливают 10 мл соляной кислоты. Затем содержимое стакана нагревают до полного прекращения выделения двуокиси углерода, снимают часовое стекло и обмывают его водой.

К раствору приливают 2 капли азотной кислоты, 2-3 капли метилового красного и добавляют 5 г хлористого аммония. Далее приливают по каплям разбавленный 1 : 2 раствор аммиака до перехода окраски раствора из розовой в желтую.

Раствор фильтруют через фильтр "красная лента" в мерную колбу вместимостью 250 мл. Осадок на фильтре промывают горячим раствором азотнокислого аммония, содержащим в 1 л 5-10 капель аммиака, до отрицательной реакции на ион хлора (реакция с раствором азотнокислого серебра). Раствор в мерной колбе доливают водой до метки и перемешивают.

Осадок с фильтром помещают в прокаленный платиновый тигель, озоляют, прокаливают при 1000-1050°С в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до постоянной массы.

Прокаленный осадок смачивают несколькими каплями воды, приливают 0,5 мл серной кислоты, 5 мл раствора фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают на песчаной бане досуха. Осадок прокаливают при 1000-1050°С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.2. Допускается определять содержание двуокиси кремния и суммы окисей алюминия и железа спектральным методом (см. ГОСТ 23260.2-78, рекомендуемое приложение).

4. Обработка результатов

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

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

m

где m - масса тигля с осадком до обработки фтористоводородной кислотой,

1

г;

m - масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной

2

кислотой, г;

m - масса навески мрамора, г.

4.2. Массовую долю суммы окисей алюминия и железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

(m - m) 100

2 3

X = ————————,

m

где m - масса пустого тигля, г.

3

4.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния или суммы окисей алюминия и железа, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,5	0,05
Св. 0,5 до 1,5	0,10
" 1,5 " 3,0	0,15
" 3,0	0,20

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех последних параллельных определений.