УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Методы определения двуокиси кремния

ГОСТ 18262.5—88

Titanomagnetite ores, vanadium concentrates, agglomerates and pellets. Methods for determination of silicon dioxide

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, концентраты, агломераты и окатыши железованадиевые и устанавливает гравиметрический метод определения двуокиси кремния при массовой доле от 1 до 40 % и фотометрический метод при массовой доле от 1 до 10 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам — по ГОСТ 18262.0.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на выделении кремниевой кислоты в присутствии желатина из солянокислого раствора с добавлением перекиси водорода для предотвращения гидролиза титана.

2.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Эксикатор по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932.

Кальций хлористый, прокаленный при 700 —800 °С, для заполнения эксикатора.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:50.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор массовой концентрации 10 г/дм³: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30–40 см³ воды и выдерживают в течение 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая палочкой. Затем стакан с содержимым помещают в воду, нагретую до 60–70 °С, и при перемешивании нагревают до растворения желатина, после чего доливают водой до объема 100 см³ и вновь перемешивают.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, прибавляют 0,7 г углекислого натрия, тщательно перемешивают и спекают смесь при 950–1000 °С в течение 20—40 мин. Тигель со спеком охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного растворения спека. Тигель вынимают из стакана и обмывают его минимальным количеством воды. К раствору прибавляют 1 см³ перекиси водорода и выпаривают до влажных солей. Затем приливают 5–10 см³ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода, нагревают до 50—60 °С, приливают 10 см³ раствора желатина, перемешивают в течение 2—3 мин и оставляют на 10–15 мин для полной коагуляции осадка кремниевой кислоты. К раствору приливают 40—50 см³ теплой воды, 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают и дают отстояться осадку в течение 2—3 мин. Затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок кремниевой кислоты количественно переносят на фильтр и промывают фильтр с осадком 6—7 раз теплой соляной кислотой, разбавленной 1:50, затем 5—6 раз теплой водой.

2.2.2. При возникновении разногласий в оценке качества руды, концентрата, агломерата или окатышей по показателю «массовая доля двуокиси кремния» проводят повторное выделение двуокиси кремния.

К фильтрату приливают 10–15 см³ азотной кислоты, нагревают до кипения и выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 10 см³ соляной кислоты, 1 см³ перекиси водорода и вновь выпаривают до влажных солей. Выпаривание с соляной кислотой повторяют. Приливают 5 см³ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода, нагревают до 50–60 °С, приливают 10 см³ раствора желатина и далее анализ продолжают, как указано в п. 2.2.1.

2.2.3. Фильтры с осадками помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000–1100 °С в течение 1–1,5 ч. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Осадок в тигле осторожно смачивают водой, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания двуокиси кремния) и выпаривают до удаления паров серного ангидрида. Затем прокаливают тигель с остатком при 1000 - 1100 °С в течение 10—20 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.2.4. Для внесения поправки на содержание двуокиси кремния в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

2.2.5. Фильтрат после выделения двуокиси кремния можно использовать для определения окиси кальция и окиси магния по ГОСТ 18262.7. Для этого остаток после обработки фтористоводородной кислотой, полученный по п. 2.2.3, доплавляют с 1 г пиросернокислого калия при 650—700 °С. Плав выщелачивают в 40 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:4, и раствор присоединяют к фильтрату, полученному по пп. 2.2.1 или 2.2.2.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_{SiO_2}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{SiO_2} = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \cdot 100,$$

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

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

m_3 — масса тигля с осадком двуокиси кремния в контрольном опыте до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески высушенной пробы, г.

m_4 — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки фтористоводородной кислотой, г.

2.3.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1 до 2 включ.	0,1
Св. 2 » 5 »	0,2
» 5 » 10 »	0,25
» 10 » 20 »	0,4
» 20 » 40 »	0,5

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой кислоты при pH 1,0—1,5 с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой или восстановительной смесью в растворе серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 1,4 - 3,0 моль/дм³

до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Влияние фосфора и мышьяка при повышении концентрации серной кислоты в растворе устраняется.

3.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000 °С.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр (абсорбциометр)

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Тигли железные, не содержащие двуокиси кремния, или стеклоуглеродные.

Натрия перекись.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий постепенно нагревают до 400 °С и прокаливают при указанной температуре в течение 2 ч.

Железа окись.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Смесь для сплавления: тщательно перемешивают измельченные углекислый натрий и обезвоженный тетраборнокислый натрий в соотношении 4:1. Для сплавления проб, содержащих более 3 % двуокиси титана, 15 частей смеси для сплавления смешивают с одной частью окиси железа. Смесь хранят в закрытой банке.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:7.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3, и раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,22 моль/дм^3 (6 см^3 кислоты на 1 дм^3 воды).

Кислота аскорбиновая, раствор 10 массовой концентрации г/дм^3, свежеприготовленный

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Смесь восстановительная: 2 г аскорбиновой кислоты и 20 г щавелевой кислоты растворяют в воде, приливают 8 см^3 серной кислоты, перемешивают, доливают водой до 1 дм^3 и снова перемешивают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929 3 %-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 массовой концентрации г/дм^3.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: 0,1 г двуокиси кремния, прокаленной при 1000 —1050 °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 1 г углекислого натрия. Плав растворяют в горячей воде, приливают 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, переливают в мерную

колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А соответствует 0,0002 г двуокиси кремния.

Раствор Б: 10 см³ стандартного раствора кремния А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора Б соответствует 0,00002 г двуокиси кремния.

Стандартные растворы хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Разложение руды, концентрата, агломерата или окатышей сплавлением с перекисью натрия или смесью перекиси натрия и углекислого натрия в соотношении 1:1.

Навеску массой 0,1 г помещают в железный или стеклоуглеродный тигель (при сплавлении со смесью в тигель предварительно насыпают 1 г углекислого натрия), прибавляют 2 или 1 г (при сплавлении со смесью) перекиси натрия, тщательно перемешивают и сплавляют при 600—700 °С в течение 1—2 мин с момента расплавления. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 300 см³ и выщелачивают плав в 70 см³ воды.

Тигель вынимают из стакана и обмывают его водой. К раствору при перемешивании приливают 12 см³ соляной кислоты. Солянокислый раствор (вместе с окалиной) переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.2.2. Разложение руды, концентрата, агломерата или окатышей сплавлением со смесью углекислого и тетраборнокислого натрия.

Навеску массой 0,1 г помещают в платиновый тигель, в который предварительно вносят 1—2 г смеси для сплавления, тщательно перемешивают, добавляют сверху еще 0,5 г смеси для сплавления и сплавляют при 950—1000 °С в течение 10 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:7, и нагревают, не доводя до кипения, до полного растворения плава. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой.

Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают (этот раствор может быть использован для определения окиси кальция по ГОСТ 18262.7).

3.2.3. От раствора, полученного по п. 3.2.1 или 3.2.2, отбирают аликвоту 10 см³ (при массовой доле двуокиси кремния до 3 %) или 5 см³ (при массовой доле двуокиси кремния более 3 %) и 5 см³ раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью

100 см³, приливают 35 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,22 моль/дм³, 5 см раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают в течение 5—10 мин для полного образования желтого кремнемолибденового комплекса.

Затем приливают 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:3, по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты или 20 см³ раствора восстановительной смеси, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 5 мин при восстановлении аскорбиновой кислотой и через 10 мин при восстановлении смесью аскорбиновой и щавелевой кислот измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 820 нм или на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн 630—750 нм, используя в качестве раствора сравнения воду.

3.2.4. Для внесения поправки на содержание двуокиси кремния в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора за вычетом значения оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание двуокиси кремния по градуировочному графику или методом сравнения.

3.2.5. *Построение градуировочного графика*

3.2.5.1. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора кремния Б, что соответствует 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00016; 0,00020 г двуокиси кремния; во все шесть колб приливают по 10 см³ раствора контрольного опыта, по 35 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,22 моль/дм³, по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, тщательно перемешивают и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.3.

Раствор шестой колбы, не содержащей стандартного раствора кремния, является раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом значения оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им концентрациям двуокиси кремния строят градуировочный график.

3.2.5.2. Для построения градуировочного графика по стандартному образцу в мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 2; 4; 6; 8; 10 см³ раствора стандартного образца, полученного в соответствии с п. 3.2.1 или 3.2.2. Одновременно в другие мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают такие объемы раствора контрольного опыта. Во все колбы приливают по 35 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента

0,22 моль/дм³, по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, тщательно перемешивают и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.3.

Из оптической плотности растворов для градуировочного графика вычитают оптическую плотность соответствующего раствора контрольного опыта.

По полученным значениям разности оптической плотности и соответствующим им концентрациям двуокиси кремния строят градуировочный график.

3.2.5.3. Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают стандартный раствор кремния (раствор Б) в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию двуокиси кремния в руде, концентрате, агломерате или окатышах. Затем приливают по 10 см³ раствора контрольного опыта, по 35 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,22 моль/дм³, по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, тщательно перемешивают и далее продолжают, как указано в п. 3.2.3.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_{SiO_2}) в процентах при расчете по градуировочному графику вычисляют по формуле

$$X_{SiO_2} = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса двуокиси кремния в объеме раствора, используемого для измерения, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески высушенной пробы в объеме раствора, используемого для измерения, г.

3.3.2. Массовую долю двуокиси кремния (X_{SiO_2}) в процентах при расчете по методу сравнения вычисляют по формуле

$$X_{SiO_2} = \frac{m_1 \cdot D \cdot 100}{D_1 \cdot m},$$

где m_1 — масса двуокиси кремния в объеме раствора сравнения, г;

D — оптическая плотность анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта;

D_1 — оптическая плотность раствора сравнения за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта;

m — масса навески высушенной пробы в объеме раствора, используемого для измерения, г.

3.3.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), **Н. А. Зобнина, Л. И. Бармина, Ю. В. Баринов, К. Е. Юрочкина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.12.88 № 4190

3. **Срок первой проверки — 1998 г.**
Периодичность проверки — 8 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 18262.5—72 и ГОСТ 18262.21—76**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	2.1, 3.1	ГОСТ 10484—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1	ГОСТ 10929—76	2.1, 3.1
ГОСТ 3765—78	3.1	ГОСТ 11293—78	2.1
ГОСТ 4199—76	3.1	ГОСТ 18262.0—88	1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1	ГОСТ 18262.7—88	2.2.5, 3.2.2
ГОСТ 4328—77	3.1	ГОСТ 20490—75	3.1
ГОСТ 4461—77	2.1	ГОСТ 22180—76	3.1
ГОСТ 6563—75	2.1, 3.1	ГОСТ 23932—79	2.1
ГОСТ 7172—76	2.1	ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 9428—73	3.1		

gost.e-ecolog.ru