УДК 622.367:546.284—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Метод определения массовой доли диоксида кремния

ГОСТ 26318.2—84

Non-metallic ore materials.
Method for determination of silica mass fraction

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает дифференциальный фотометрический метод определения массовой доли диоксида кремния.

Метод основан на образовании синего восстановленного кремнемолибденового комплекса, оптическая плотность которого измеряется методом дифференциальной фотометрии.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения массовой доли диоксида кремния — по ГОСТ 26318.0—84.

1.2. Допускается использовать гравиметрический метод определения диоксида кремния по ГОСТ 2642.3—81.

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли диоксида кремния определение проводят фотометрическим методом.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
фотоэлектроколориметр;
мешалку магнитную;
печь муфельную, обеспечивающую нагрев до 950 °С;
чашки или тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563—75;

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;
кислоту винную по ГОСТ 5817—77, раствор концентрации 100 г/дм³;
кислоту аскорбиновую;
аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор концентрации 50 г/дм³;
натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931—74, раствор концентрации 50 г/дм³;
натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77;
метол марки А по ГОСТ 25664-83;
стандартный образец материала, близкий по химическому составу к анализируемому.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление растворов для восстановления

3.1.1. Кислотный восстановительный раствор готовят растворением 15 г винной и 1 г аскорбиновой кислот в 30—40 см³ воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Для анализа используют свежеприготовленный раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.2. Метол-сульфитный восстановительный раствор (применяемый при отсутствии аскорбиновой кислоты) готовят растворением 13 г сернистокислого натрия и 20 г метола в 50—60 см³ воды при 40—50 °С. Раствор фильтруют, охлаждают и доливают до 1 дм³ водой. Срок хранения раствора в склянке из темного стекла 8—10 сут. Раствор рекомендуется готовить небольшими порциями.

3.2. Приготовление растворов для построения градуировочного графика с применением стандартного образца, например, КПШТМ 0,2—2 № 3282—85.

В платиновые чашки или тигли помещают навески стандартного образца с массовой долей диоксида кремния 73,5 % массой 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,10; 0,11; 0,12 и 0,13 г, в которых масса диоксида кремния соответственно равна 44,1; 51,5; 58,8; 66,2; 73,5; 80,9; 88,2 и 95,6 мг.

К каждой навеске прибавляют по 1,5 г смеси для сплавления 1 по ГОСТ 26318.1—84, тщательно перемешивают и сплавляют при 900—950 °С 15 мин.

Чашки (тигли) с плавом помещают в стаканы вместимостью 150—200 см³, приливают по 150 см³ горячей воды, по 50 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и растворяют на магнитной мешалке. Растворы количественно переносят в мерные колбы вме-

стимостью 500 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Полученные растворы устойчивы в течение 2 мес.

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят по 10 см³ от каждого раствора стандартного образца, приливают по 50—60 см³ воды, по 5 см³ молибденовокислого аммония и перемешивают. При отсутствии молибденовокислого аммония приливают по 5 см³ молибденовокислого натрия. Через 10—20 мин приливают по 10 см³ кислотного восстановительного раствора, доливают до метки водой и перемешивают.

При использовании метол-сульфитного восстановительного раствора через 10-20 мин после введения молибденовокислого аммония (или молибденовокислого натрия) к растворам добавляют сначала по 50 см³ раствора винной кислоты, а затем по 20 см³ метол-сульфитного восстановительного раствора, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 30 мин фотометрируют растворы, применяя красный светофильтр (600—700 нм) и кюветы с толщиной слоя 5 мм.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 44,1 мг диоксида кремния. При анализе проб с массовой долей диоксида кремния более 75 % в качестве раствора сравнения следует взять раствор, содержащий 73,5 мг диоксида кремния.

По данным оптических плотностей и соответствующим им концентрациям диоксида кремния строят градуировочный график.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для определения диоксида кремния в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть 10 см³ анализируемого раствора 1 по ГОСТ 26318.1—84. Затем в колбу вводят все реактивы, как при построении градуировочного графика, доводят до метки водой, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность полученного раствора. Раствором сравнения является тот же раствор, что и при построении градуировочного графика.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание диоксида кремния, мг.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю диоксида кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса диоксида кремния, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений для всего диапазона содержаний диоксида кремния 20—70 % $R_{пр}$ =0,6 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 20543.2—75 и ГОСТ 14328.1—77

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 195—77	2.1
ГОСТ 2642.3—86	1.2
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3765—78	2.1
ГОСТ 5817—77	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 10931—74	2.1
ГОСТ 25664—83	2.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242

6. Переиздание (май 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1986 г., октябре 1990 г. (ИУС 1—87, 4—91)

gost.e-ecolog.ru