УДК 666.123.35:546.284-31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Методы определения содержания двуокиси кремния

Dolomite for glass industry.
Methods for the determination
of dioxide silicium content

ГОСТ 23673.4—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 мая 1979 г. № 1946 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на доломит, предназначенный для стекольной промышленности, и устанавливает весовой и фотоколориметрический методы определения содержания двуокиси кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23673.0—79.

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В НЕРАСТВОРИМОМ ОСТАТКЕ

2.1. Аппаратура и реактивы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

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

тигли платиновые № 100—8 по ГОСТ 6563—75;

крышки платиновые № 101—8 по ГОСТ 6563—75;

чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563—75;

баню воздушную или песчаную;

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Фильтр с осадком, полученным по ГОСТ 23673.1—79, помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платино-

gost.e-ecolog.ru

вый тигель, подсушивают и прокаливают при 1000—1100°С в течение 30—40 мин. Тигель с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

2.2.2. К прокаленному осадку добавляют 1—2 капли воды, несколько капель серной кислоты, 5—7 мл фтористоводородной кислоты и выпаривают на воздушной или песчаной бане досуха. Затем снова прокаливают при 1000—1100°С в течение 20—30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.3. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса тигля с нерастворимым остатком, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки смесью серной и фтористоводородной кислот, г;

m — масса навески доломита, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать 0,1%.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В ФИЛЬТРАТЕ

Метод основан на образовании синего кремнемолибденового комплексного соединения и фотометрировании окрашенного раствора.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоколориметр типов ФЭК-60, ФЭК-56 и ФЭК-Н-57;

тигли платиновые № 100—8 по ГОСТ 6563—75;

крышки платиновые № 101—8 по ГОСТ 6563—75;

чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563—75;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

двуокись кремния по ГОСТ 9428—73;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный раствор;

аскорбиновую кислоту по ГОСТ 4815—76, 5%-ный раствор (свежеприготовленный);

соль Мора по ГОСТ 4208—72, 4%-ный раствор;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

смесь восстановительную, приготовленную следующим образом: смешивают равные объемы соли Мора и аскорбиновой кислоты, смесь хранят в темном месте не более 7—10 сут. Потемневший раствор к употреблению не годен;

стандартный раствор кремниевокислого натрия, приготовленный следующим образом: навеску 0,0500 г тонко растертой двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 3—4 г безводного углекислого натрия. Расплав выщелачивают водой и полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают. После перемешивания раствор переносят в полиэтиленовую посуду. Приготавливают 2—3 таких раствора.

1 мл стандартного раствора содержит 0,0005 г двуокиси кремния.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. От фильтрата, полученного по ГОСТ 23673.1—79, в мерную колбу вместимостью 100 мл пипеткой отбирают аликвотную часть объемом 25 мл, добавляют 4 мл молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин для образования желтого кремнемолибденовокислого комплексного соединения. К полученному раствору приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 2 мл раствора смеси восстановителей. При этом образуется раствор молибденовой сини, который доливают водой и перемешивают.

3.2.2. Параллельно с анализом проводят контрольный опыт: к 20 мл воды приливают 5 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты и далее химические реактивы, как указано в п. 3.2.1.

3.2.3. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 630 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 3 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание двуокиси кремния.

3.2.4. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 100 мл отмеривают микробюреткой 0; 0,1; 0,2; 0,5; 0,75 и 1,0 мл стандартного раствора двуокиси кремния, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00025; 0,000375 и 0.0005 г двуокиси кремния. В каждую колбу приливают по 10 мл воды, 5 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты, 4 мл раствора молибденовокислого аммония и выдерживают смесь в течение 10 мин. Затем приливают по 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 2 мл раствора смеси восстановителей, при этом образуется раствор молибденовой сини. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность на электрофотоколориметре, как указано в п. 3.2.3.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, приготовленный, 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 известным содержаниям двуокиси кремния строят градуировочный график.

Градуировочный график необходимо периодически проверять (один раз в 3 месяца).

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где m_1 — масса двуокиси кремния, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески доломита, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать 0,1 %.

3.3.3. Массовую долю общей двуокиси кремния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X + X_1,$$

где X — массовая доля двуокиси кремния, находящаяся в нерастворимом остатке, %;

X_1 — массовая доля двуокиси кремния, содержащаяся в фильтрате, %.

Изменение № 1 ГОСТ 23673.4—79 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения содержания двуокиси кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.09.85 № 3038 срок введения установлен

с 01.04.86

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержание», «content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5720.

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673.4—79)

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Вводная часть, разделы 2 (наименование), 3 (наименование). Исключить слово: **«содержания»**.

Пункт 2.1.1. Седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 23932—79.

(ИУС № 12 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23673.4—79 Доломит для стекольной промышленности. Метод определения двуокиси кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 06.12.90 № 3058

Дата введения 01.07.91

Пункт 2.1. Седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 23932—79 на ГОСТ 25336—82.

(Продолжение см. с. 32)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673.4—79)

Пункт 3.1.1. Девятый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «аскорбиновую кислоту по нормативно-технической документации, раствор с массовой долей 5 % (свежеприготовленный)»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 4 %».

(ИУС № 3 1991 г.)

gost.e-ecolog.ru