7619.10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ

ГОСТ 7619.10–75

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Сибирским Государственным проектным и научно-исследовательским институтом цветной металлургии (Сибцветметниипроект)

Зам. директора **Аврамов В. Е.**
Руководители темы: **Петрова М. Л., Верхотуров Г. Н.**
Исполнители: **Шамсудинова Ю. Н., Глинская Н. М., Карацуба Т. И.**

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Зам. министра **Устинов В. С.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **Гличев А. В.**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 1 августа 1975 г. № 2048

УДК 666.232.91 : 546.46-31.06[083.74] Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Методы определения содержания окиси магния

Fluorite. Methods for determination of magnesium oxide content.

ГОСТ 7619.10—75

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 1 августа 1979 г. № 2048 срок действия установлен

с 01.07 1976 г.
до 01.07 1981 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает фотоколориметрический и атомно-абсорбционный методы определения содержания окиси магния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения содержания окиси магния — по ГОСТ 7619.0—70.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при содержании окиси магния от 0,02 до 3%)

Метод основан на абсорбции гидроокисью магния титанового желтого в щелочной среде (pH 12) и фотометрировании окрашенного раствора. Мешающее влияние железа, марганца и алюминия устраняют связыванием их триэтаноламином в растворимые бесцветные комплексные соединения.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67, разбавленную 1 : 1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, разбавленную 1 : 1, 1 : 5 и 1 : 99;

спирт этиловый (гидролизный), ректификованный;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1975

триэтаноламин, разбавленный 1 : 3;

кальций хлористый, не содержащий магний;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—65, 1%-ный свежеприготовленный раствор; готовят следующим образом: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 мл, приливают 30—40 мл воды и оставляют на 1 ч, периодически перемешивая. Затем стакан с содержимым помещают в нагретую до кипения воду, перемешивают до растворения, доливают водой до 100 мл и вновь перемешивают;

спирт поливиниловый, 1%-ный раствор, готовят в день применения, растворяя навеску при кипении в течение 5 мин;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 1 н. раствор; готовят следующим образом: 40 г едкого натра растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор выдерживают в течение 2 сут и хранят в полиэтиленовом сосуде, плотно закрыв пробкой;

калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332—65;

титановый желтый (аммонийная соль), 0,5%-ный раствор в 50%-ном этиловом спирте и 0,01%-ный раствор, приготовленный следующим образом: к 2 мл 0,5%-ного раствора приливают 2,5 мл раствора поливинилового спирта, доливают водой до объема 100 мл и перемешивают. Растворы хранят в склянках из темного стекла;

магний металлический, не ниже 99,95%. Для удаления окиси с поверхности магний промывают соляной кислотой, разбавленной 1 : 5, затем 3—5 раз водой и высушивают при 105—110°С;

стандартные растворы окиси магния:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,6032 г металлического магния растворяют в 25 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора А соответствует 1 мг окиси магния;

раствор Б, приготовленный следующим образом: отбирают 100 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 мл, прибавляют 2,96 г хлористого кальция, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б соответствует 0,1 мг окиси магния.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску пробы плавикового шпата массой 0,25—0,5 г (в зависимости от содержания окиси магния) помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, изготовленную из стекла «пирекс», приливают 30 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и содержимое колбы кипятят 30 мин, покрыв часовым стеклом. Далее раствор выпаривают досуха, приливают 10 мл концентрированной азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Выпаривание с азотной кислотой повторяют. Для удаления окислов азо-

та приливают 10 мл соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. Сухой остаток смачивают 7 мл соляной кислоты, приливают 20 мл горячей воды и кипятят 2—3 мин, покрыв часовым стеклом, до растворения растворимых солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, промывают 5—6 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 300 мл.

При содержании в плавиковом шпате минерала слюды, содержащей магний, нерастворимый остаток доплавляют. Для этого фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 600—700°С в течение 30 мин.

Содержимое тигля охлаждают, прибавляют пяти-, шестикратное количество углекислого калия-натрия по отношению к осадку, перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 850—900°С до однородной массы.

Плав охлаждают, помещают вместе с тиглем в стакан с первоначальным фильтратом, выщелачивают, тигель извлекают из стакана и обмывают водой.

Раствор в стакане выпаривают до получения влажных солей. Соли растворяют в 5 мл соляной кислоты, приливают пипеткой 10 мл раствора желатина, 20 мл горячей воды, перемешивают в течение 5 мин и фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 200 мл. Осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:99. Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора 2—10 мл (в зависимости от содержания окиси магния) в мерную колбу вместимостью 50 мл, приливают 3 мл разбавленного триэтаноламина, 5 мл 0,01%-ного раствора титанового желтого, 5 мл раствора поливинилового спирта, перемешивают и приливают из бюретки по каплям раствор едкого натра до изменения окраски жидкости из лимонно-желтой в желто-розовую и в избыток 5 мл. Раствор доливают до метки колбы водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом пропускания 545 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, с добавлением хлористого кальция в количестве, соответствующем содержанию его в пробе.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание окиси магния по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 мл микробюреткой отмеривают 0,05; 0,1;

0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 мг окиси магния. Во все колбы приливают воды до объема раствора 10 мл, по 3 мл разбавленного триэтаноламина, по 5 мл 0,01% раствора титанового желтого, по 5 мл раствора поливинилового спирта, перемешивают и далее анализ продолжают по п. 2.2.1.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям окиси магния строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Содержание окиси магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m — масса навески пробы, г;

m_1 — масса окиси магния, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части раствора, мл.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Содержание окиси магния, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,05	0,006
Св. 0,05 „ 0,1	0,0065
„ 0,1 „ 0,3	0,03
„ 0,3 „ 1	0,06
„ 1 „ 3	0,14

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

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

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД
(при содержании окиси магния от 0,005 до 3%)

Метод основан на измерении оптической плотности при фотометрии пламени с помощью фотометра, которая пропорциональна

концентрации определяемого элемента в анализируемом растворе, вводимого в пламя газовой горелки. Пламя бутан—пропан — воздушное.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотометр типа «Спектр-1» и все реактивы и растворы, приведенные в п. 2.1.1, и дополнительно следующие:

стандартный раствор окиси магния, приготовленный следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл стандартного раствора А, приготовленного по п. 2.1.1, в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл стандартного раствора соответствует 0,01 мг окиси магния;

кальций хлористый, не содержащий магний, раствор, приготовленный следующим образом: 2,96 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. При содержании окиси магния в плавиковом шпате до 0,04% раствор, приготовленный по п. 2.2.1 в мерной колбе вместимостью 200 мл, фотометрируют при аналитической линии магния 285,2 нм. Сначала в пламя горелки вводят раствор контрольного опыта с добавлением хлористого кальция в количестве, соответствующем содержанию его в пробе. Затем в пламя горелки вводят анализируемый раствор.

По оптической плотности пламени анализируемого раствора с учетом оптической плотности пламени раствора контрольного опыта устанавливают концентрацию окиси магния по градуировочному графику.

Фотометрирование для каждой навески пробы проводят три раза и вычисляют среднюю арифметическую величину концентрации окиси магния.

3.2.2. При содержании окиси магния в плавиковом шпате свыше 0,04% от раствора, приготовленного по п. 2.2.1 в мерной колбе вместимостью 200 мл, отбирают аликвотную часть 1—10 мл (в зависимости от содержания окиси магния) в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и фотометрируют, как указано в п. 3.2.1.

3.2.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 мл отбирают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 мл стандартного раствора окиси магния. В каждую колбу приливают раствор хлористого кальция до метки и фотометрируют. Концентрация приготовленных растворов соответствует 0,1; 0,2; 0,5 и 1 мкг/мл окиси магния.

Для построения градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение результатов трех измерений оптической плотности пламени для каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным концентрациям окиси магния строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Содержание окиси магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 10^6},$$

где C — концентрация окиси магния, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

V — объем всего анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем разбавления аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески пробы, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, мл.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений приведено в п. 2.3.2.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 15.06.75 Подп. в печ. 22.09.75 0,5 п. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Издательство стандартов. Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1413

Контр. экз.

Группа А59

Изменение № 1 ГОСТ 7619.10—75 Шпат плавиковый. Методы определения содержания окиси магния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.07.85 № 2325 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.
По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.10—75)

Вводная часть. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 7619.0—70 на ГОСТ 7619.0—81.

Пункт 1.1, раздел 2 (наименование), пункты 2.2.1, 2.3.1, 2.3.2, раздел 3 (наименование), пункты 3.2.1, 3.2.3, 3.3.1. Заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Пункт 2.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 11293—65 на ГОСТ 11293—78, ГОСТ 4328—66 на ГОСТ 4328—77, ГОСТ 4332—65 на ГОСТ 4332—76.

(ИУС № 11 1985 г.)

Контр. ЭКЗ

Группа А59

Изменение № 2 ГОСТ 7619.10—75 Шпат плавиковый. Метод определения содержания окиси магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 19.07.90 № 2217

Дата введения 01.03.91

Пункт 2.1.1. Восьмой абзац. Заменить слова: «1%-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %»;

(Продолжение см. с. 40)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.10—75)

девятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»;

десятый абзац. Заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор 1 моль/дм³»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «титановый желтый (аммонийная соль), раствор с массовой долей 0.5 % в растворе этилового спирта с массовой долей 50 % и раствор с массовой долей 0,01 %, приготовленный следующим образом: к 2 см³ раствора с массовой долей 0,5 % приливают 2,5 см³ раствора поливинилового спирта, доливают водой до объема 100 см³ и перемешивают. Растворы хранят в склянках из темного стекла».

(Продолжение см. с. 41)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.10—75)

Пункт 2.2.2. Заменить слова: «0,01 % раствора титанового желтого» на «раствора титанового желтого с массовой долей 0,01 %».

Пункт 2.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Разность резуль-

(Продолжение см. с. 42)

татов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице»;

последний абзац. Исключить слово: «последних».

(ИУС № 11 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru