ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

ГОСТ 22772.5—90
(ИСО 5890—81, СТ СЭВ 1205—89)

Издание официальное

45 коп. БЗ 8—90/675

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
ТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.341.2:543.05.006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

Методы определения двуокиси кремния

Manganese ores, concentrates and agglomerates. Methods for the determination of silicon dioxide

ГОСТ 22772.5—90

(ИСО 5890—81, СТ СЭВ 1205—89)

ОКСТУ 0730

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает гравиметрические методы определения двуокиси кремния при массовой доле от 1 до 40% и фотометрический метод при массовой доле от 0,5 до 20%, а также метод определения двуокиси кремния по международному стандарту ИСО 5890 (см. приложение).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22772.0.

1.2. Отбор проб — по ГОСТ 16598.

1.3. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должна превышать предела Δ при выполнении следующих условий.

расхождение между результатами двух (трех) параллельных определений (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должно превышать значения $d_2(d_3)$;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допустимое (при доверительной вероятности $P=0,85$) значение δ;

расхождение между двумя результатами одной пробы, полученными в разных условиях (разными исполнителями, в разное время), не должно превышать значения d_k (при доверительной вероятности $P=0,95$).

При невыполнении одного из вышеупомянутых условий проводят повторное определение. Если и при повторном определении

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991

требования к точности результатов анализа не выполняются, результаты признают неверными, измерения прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СОЛЯНОКИСЛОТНЫЙ МЕТОД

(при массовой доле окисей бария и свинца не более 1%)

Метод основан на выделении кремниевой кислоты при помощи желатина из солянокислого раствора при температуре не выше 50 °С.

2.1. **Аппаратура и реактивы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1050 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Тигли фарфоровые № 3 и 4 по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—5077, прокаленный при 700—800°С, для заполнения эксикатора.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Калий углекислый-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Магния оксид по ГОСТ 4526.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:2, 1:4 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм³, приготовленный следующим образом: 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 стеклянной палочкой. Затем стакан с содержимым помещают на водяную баню, нагретую до 60—70 °С, и при перемешивании нагревают до растворения желатина, после чего доливают водой до объема 100 см³ и вновь перемешивают. Раствор желатина без консервируемых средств пригоден в течение 1—2 сут.

Смесь для спекания, приготовленная следующим образом: 10 г тонкоизмельченного углекислого натрия смешивают с 4 г щавелевой кислоты и 1 г азотнокислого калия.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. При кислотном разложении навеску пробы массой 0,5 или 1 г (в зависимости от содержания двуокиси кремния) помещают в стакан вместимостью 400 см³, смачивают несколькими каплями воды, приливают 15—30 см³ соляной кислоты, медленно

нагревают до полного растворения пробы и выпаривают раствор до влажных солей. К остатку приливают 10—15 см³ соляной кислоты и 10—15 см³ теплой воды. Раствор нагревают до кипения и фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы. Нерастворимый остаток при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником переносят на фильтр. Остаток на фильтре и стакан промывают 4—6 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50, затем 3—4 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700 °С. Тигель охлаждают, остаток в тигле сплавляют с 3 г углекислого натрия при 950—1000°С или с 3 г углекислого калия-натрия при 850—900°С до получения однородного плава.

Охлажденный плав выщелачивают в стакане, в котором проводили разложение навески, в 50 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:4. Нагревают до разложения плава. Тигель извлекают, обмывают его водой, полученный раствор объединяют с основным раствором.

2.2.2. При разложении спеканием навеску пробы массой 0,5 или 1 г и 2 или 4 г смеси для спекания соответственно помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью и перемешивают до получения однородной по цвету массы. Полученную смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, очищают тигель от остатков 0,2—0,3 г смеси для спекания. Ампулообразный кулечек помещают в фарфоровый тигель, заполненный на ¾ объема оксидом магния, или платиновый тигель на двойную подкладку из беззольной увлажненной фильтровальной бумаги. Тигель с содержимым помещают в муфельную печь (платиновый тигель ставят на дно опрокинутого фарфорового тигля для предупреждения перегрева и приплавления нижней части спека) и спекают при 800—850 °С в течение 15—50 мин. Тигель со спеком охлаждают, спек из тигля переносят в стакан вместимостью 400 см³, приливают 50—60 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:2, и нагревают до разложения спека. При сжигании в платиновом тигле тигель с остатками спека помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 10—15 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:9, и нагревают до растворения остатков спека. Тигель извлекают из стакана, обмывают его горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50. Раствор присоединяют к раствору, полученному при растворении основной массы спека.

2.2.3. Раствор, полученный по п. 2.2.1 или 2.2.2, выпаривают до влажных солей, приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до объема 4—5 см³. К раствору приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают до 50—60 °С, прибавляют 10 см³ раствора желатина при перемешивании и выдерживают при комнат-

ной температуре в течение 15—20 мин. Затем приливают 40—50 см³ горячей воды, перемешивают, снова раствор выдерживают при комнатной температуре в течение 10—20 мин и фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок кремниевой кислоты при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником переносят на фильтр. Осадок на фильтре промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 50, и затем 3—4 раза горячей водой.

2.2.4. К фильтрату, нагретому до кипения, приливают 10—15 см³ азотной кислоты, выпаривают до влажных солей, приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до объема 4—5 см³. К раствору приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают до 50—60 °С, прибавляют 10 см³ раствора желатина и повторяют выделение кремниевой кислоты, как указано в п. 2.2.3.

При проведении массовых анализов, при условии обеспечения требуемой точности определения, операцию второго выделения кремниевой кислоты можно опустить.

2.2.5. Фильтры с осадками, полученными по пп. 2.2.3 и 2.2.4, помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1050 °С в течение 1—2 ч (до постоянной массы). Тигель с прокаленным осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 5 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серного ангидрида. Затем тигель с остатком помещают в муфельную печь и прокаливают при 1000—1050 °С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

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

2.3. **Обработка результатов**

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

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

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_4 — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески пробы, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси кремния на массовую долю ее в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0).

2.3.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли двуокиси кремния указаны в табл. 1.

Таблица 1

%

Массовая доля двуокиси кремния	Δ	d_2	d_3	d_4	δ
От 0,5 до 1 включ.	0,06	0,06	0,07	0,07	0,04
Св. 1 » 2 »	0,08	0,08	0,10	0,10	0,05
» 2 » 5 »	0,12	0,12	0,15	0,15	0,08
» 5 » 10 »	0,16	0,16	0,20	0,20	0,10
» 10 » 20 »	0,2	0,2	0,3	0,3	0,2
» 20 » 40 »	0,4	0,4	0,5	0,5	0,3

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ ХЛОРНОКИСЛОТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на выделении кремниевой кислоты путем обезвоживания ее выпариванием раствора с хлорной кислотой.

3.1. **Аппаратура и реактивы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1050 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий углекислый-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 4, 1 : 9 и 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная плотностью 1,67 или 1,51 г/см^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3%.

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Навеску пробы массой 0,5 или 1 г (в зависимости от содержания двуокиси кремния) помещают в стакан вместимостью 400 см^3, смачивают несколькими каплями воды, приливают 15—30 см^3 соляной кислоты и медленно нагревают до растворения навески. Приливают 2—3 см^3 азотной кислоты, раствор кипятят

до удаления окислов азота, снимают часовое стекло, обмывают его водой, упаривают раствор до влажных солей. К остатку приливают 10—15 см³ соляной кислоты, 10—15 см³ теплой воды, несколько капель перекиси водорода. Раствор нагревают до кипения и фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы. Нерастворимый остаток при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником переносят на фильтр. Остаток на фильтре и стакан промывают 4—6 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 50, затем 3—4 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

3.2.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700 °С. Тигель охлаждают, остаток в тигле сплавляют с 3 г углекислого натрия при 950—1000 °С или с 3 г углекислого калия-натрия при 850—900 °С до получения однородного плава.

Охлажденный плав выщелачивают в стакане, в котором проводили разложение навески, в 50 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 4. Нагревают до разложения плава. Тигель извлекают, обмывают водой, полученный раствор объединяют с основным раствором.

3.2.3. К объединенному раствору приливают 30 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до появления белых паров хлорной кислоты. Накрывают стакан часовым стеклом неплотно и продолжают нагревание до удаления основной массы хлорной кислоты, не допуская образования сухих солей. Раствор охлаждают, приливают 30—40 см³ горячей воды, 2—3 капли перекиси водорода, нагревают до растворения солей и фильтруют через фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы.

Осадок кремниевой кислоты при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником переносят из стакана на фильтр. Осадок на фильтре и стакан промывают 2—3 раза горячей водой, затем 6—8 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 9, и снова 2 –3 раза горячей водой.

К фильтрату приливают 20 см³ хлорной кислоты и выделение кремниевой кислоты повторяют, как указано в п. 3.2.3.

При проведении массовых анализов, при условии обеспечения требуемой точности определения, операцию второго выделения кремниевой кислоты можно опустить.

3.2.4. Фильтры с осадками помещают в платиновый тигель, медленно озоляют и прокаливают в муфельной печи при 1000—1050 °С в течение 1—2 ч (до постоянной массы). Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, добавляют 5 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серного ангидрида. Затем

тигель с остатком прокаливают при 1000—1050 °С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

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

3.3. **Обработка результатов**

Обработка результатов — по пп. 2.3.1, 2.3.2.

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты при pH 1,0—1,5 с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой или восстановительной смесью в растворе серной кислоты с молярной концентрацией 0,7—1,5 моль/дм³ до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и фотометрировании окрашенного раствора. Влияние фосфора и мышьяка устраняется повышением концентрации серной кислоты в растворе до 1—1,5 моль/дм³.

4.1. **Аппаратура и реактивы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1050 °С.

Спектрофотометр или фотоэлектрокалориметр (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 2 ч.

Смесь для сплавления: тщательно перемешивают измельченные углекислый натрий и обезвоженный тетраборнокислый натрий в соотношении 4 : 1. Смесь хранят в закрытой банке.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 9.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 3, и раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,22 моль/дм³ (6 см³ серной кислоты на 1 дм³ воды).

Кислота аскорбиновая и раствор 10 г/дм³, свежеприготовленный.

Смесь восстановительная: 2 г аскорбиновой кислоты и 20 г щавелевой кислоты растворяют в воде, приливают 8 см³ серной

кислоты, перемешивают, доливают водой до 1 дм³ и снова перемешивают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм³.

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 см³ 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 водой до метки и перемешивают.

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

Стандартные растворы кремния хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

4.2. **Проведение анализа**

4.2.1. Масса навески пробы, разбавление аликвотной части анализируемого раствора в зависимости от содержания двуокиси кремния указаны в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Масса навески, г	Разбавление, см³	Аликвотная часть анализируемого раствора, см³	Аликвотная часть раствора контрольного опыта, см³
От 0,5 до 2,5 включ.	0,2	250	10	—
Св. 2,5 » 10 »	0,1	250	5	5
» 10 » 20 »	0,1	500	5	7,5

4.2.2. Разложение руды, концентрата или агломерата с перекисью натрия или со смесью углекислого натрия и перекиси натрия.

Навеску пробы в соответствии с табл. 2 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,

перемешивают и сплавляют при 650—750 °С в течение 1—2 мин с момента расплавления. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, приливают 100 см³ воды и закрывают стакан часовым стеклом. После окончания бурной реакции тигель извлекают из стакана и обмывают его водой. К раствору приливают 10 см³ соляной кислоты и несколько капель пероксида водорода до полного просветления раствора. Раствор перемешивают и нагревают, не доводя до кипения, для разрушения избытка пероксида водорода.

4.2.3. Разложение руды, концентрата или агломерата со смесью углекислого и тетраборнокислого натрия

Навеску пробы в соответствии с табл. 2 помещают в платиновый тигель, прибавляют 2 г смеси для сплавления, тщательно перемешивают и сплавляют при 950—1000 °С в течение 20 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300 см³, содержащий 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 9, приливают 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и выщелачивают плав при умеренном нагревании. После растворения плава тигель извлекают из стакана и обмывают его водой.

4.2.4. Раствор, полученный по п. 4.2.2 или 4.2.3, переливают в соответствующую мерную колбу (см. табл. 2), доливают водой до метки и перемешивают. Если раствор непрозрачный, его фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают аликвотную часть анализируемого раствора в соответствии с табл. 2 в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 35 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,22 моль/дм³, затем медленно, при перемешивании, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и выдерживают в течение 10 мин для полного образования желтого кремнемолибденового комплекса. Затем приливают 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 3, и по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, приливают 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 фотоэлектрокалориметре в интервале длин волн 630—750 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

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

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом значения оптической плотности раствора

контрольного опыта находят содержание двуокиси кремния по градуировочному графику или по методу сравнения.

4.2.6. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 2; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора кремния Б, что соответствует 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00016 и 0,0002 г двуокиси кремния, во все колбы приливают аликвотную часть раствора контрольного опыта, соответствующую аликвотной части анализируемого раствора, 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. 4.2.4.

Раствором контрольного опыта для градуировочного графика является раствор контрольного опыта для анализируемых проб (п. 4.2.5).

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.

Если одновременно проводится определение в нескольких пробах, содержание двуокиси кремния в которых находится в разных концентрационных интервалах, допускается использовать один градуировочный график с добавлением 10 см³ раствора контрольного опыта (разбавление 250 см³). При этом в анализируемые растворы необходимо добавить раствор контрольного опыта (разбавление 250 см³) в соответствии с табл. 2.

Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают стандартный раствор кремния Б в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию двуокиси кремния в анализируемом растворе, приливают аликвотную часть раствора контрольного опыта, соответствующую аликвотной части анализируемого раствора, 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. 4.2.4.

4.3. **Обработка результатов**

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

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

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

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

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси кремния на массовую долю ее в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0).

4.3.2. Массовую долю двуокиси кремния (X'_{SiO_2}) в процентах при расчете по методу сравнения вычисляют по формуле

$$X'_{SiO_2} = \frac{m_1 \cdot D \cdot 100}{D_1 \cdot m} \cdot K,$$

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 пробы в объеме раствора, используемого для измерения, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси кремния на массовую долю ее в сухом материале (см. ГОСТ 22772.0).

4.3.3. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли двуокиси кремния указаны в табл. 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ (ИСО 5890—81)

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий международный стандарт устанавливает гравиметрический метод определения содержания кремния в марганцевых рудах и концентратах.

Метод применим к продукции с содержанием кремния более 0,5% и при содержании фтора, не превышающем 0,1%.

Настоящим международным стандартом следует пользоваться совместно с ИСО 4297.

2. ССЫЛКИ

ИСО 4297. Руды марганцевые и концентраты. Методы химического анализа. Общие требования.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Разложение навески пробы нагреванием в солянной, азотной и хлорной кислотах. Отделение нерастворимого остатка, содержащего двуокись кремния, и сохранение фильтрата в качестве основного раствора. Озоление фильтра с осадком. Сплавление остатка с углекислым натрием, выщелачивание плава в соляной кислоте и объединение с основным раствором.

Выделение двуокиси кремния при выпаривании раствора с хлорной кислотой и взвешивание двуокиси кремния с примесями. Отгонка двуокиси кремния с фтористоводородной и серной кислотами, взвешивание остатка и расчет содержания двуокиси кремния по разности масс.

4. РЕАКТИВЫ

4.1. Натрий углекислый, безводный.
4.2. Кислота азотная, ρ 1,40 г/см³.
4.3. Кислота серная, разбавленная 1 : 1.
4.4. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³.
4.5. Кислота соляная, разбавленная 1 : 4.
4.6. Кислота соляная, разбавленная 1 : 9.
4.7. Кислота фтористоводородная, ρ 1,14 г/см³.
4.8. Кислота хлорная, ρ 1,51 г/см³.
4.9. Водорода перекись, раствор 30 г/дм³.

5. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование.

5.1. Муфельная печь, обеспечивающая температуру нагрева от 1000 до 1100 °С.

5.2. Тигли платиновые.

6. ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

6.1. Навеска пробы

Взвешивают навеску пробы, масса которой в зависимости от ожидаемого содержания кремния приведена в табл. 3.

Таблица 3

Ожидаемое содержание кремния, %	Масса навески пробы, г
От 0,5 до 2	2,0
» 2 » 10	1,0
» 10 » 20	0,5

6.2. Разложение анализируемой пробы

Помещают навеску пробы (п. 6.1) в стакан вместимостью 250—300 см³, увлажняют несколькими каплями воды, добавляют 15—30 см³ соляной кислоты (п. 4.4) и медленно нагревают до разложения пробы. Добавляют 2—3 см³ азотной кислоты (п. 4.2), нагревают до прекращения выделения окислов азота и охлаждают. Добавляют 10 см³ хлорной кислоты (п. 4.8) и осторожно нагревают до появления густых белых паров хлорной кислоты.

Охлаждают раствор, добавляют 30—40 см³ горячей воды и несколько капель перекиси водорода (п. 4.9). Нагревают раствор до тех пор, пока он не станет прозрачным, и фильтруют его через фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой. Переносят нерастворимый остаток из стакана на фильтр с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником. Промывают нерастворимый остаток и стакан 4—6 раз горячей соляной кислотой (п. 4.6), затем 3—4 раза горячей водой. Сохраняют фильтрат в качестве основного раствора.

6.3. Растворение нерастворимого остатка

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель (п. 5.2), высушивают, озоляют и прокаливают в муфельной печи (п. 5.1) при температуре от 700 до 750 °С. Охлаждают, добавляют 3 г углекислого натрия (п. 4.1), перемешивают и сплавляют при температуре от 1000 до 1100 °С до получения однородного плава.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан, в котором проводилось разложение пробы. Добавляют 50 см³ горячей соляной кислоты (п. 4.5) и нагревают до растворения плава.

Вынимают тигель из стакана и обмывают его водой. Полученный раствор присоединяют к основному раствору.

6.4. Выделение двуокиси кремния

К раствору, полученному по п. 6.3, добавляют 30 см³ хлорной кислоты (п. 4.8) и нагревают до появления белых паров хлорной кислоты. Закрывают стакан часовым стеклом и продолжают нагревание до удаления основной массы хлорной кислоты, но не допускают выпаривания досуха.

Охлаждают раствор, добавляют 40—50 см³ горячей воды и 2—3 капли раствора перекиси водорода (п. 4.9). Нагревают до растворения растворимых солей, пока раствор не станет прозрачным, затем фильтруют раствор через фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Переносят количественно осадок двуокиси кремния из стакана на фильтр с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником.

Промывают осадок на фильтре и стакан 2—3 раза холодной водой, затем 6—8 раз горячей соляной кислотой (п. 4.6) и снова 2—3 раза холодной водой. При содержании кремния до 10% фильтрат и промывные воды отбрасывают. При содержании кремния более 10% к фильтрату добавляют 20 см³ хлорной кислоты (п. 4.8) и повторяют выпаривание. Фильтруют через другой фильтр и обрабатывают объединенный осадок, как описано в п. 6.5.

6.5. Обработка осадка двуокиси кремния

Помещают фильтр с осадком в платиновый тигель (п. 5.2). Осторожно высушивают, озоляют и прокаливают в муфельной печи (п. 5.1) при температуре от 700 до 750 °С, затем поднимают температуру до 1000—1100 °С. Поддерживают ту температуру в течение 1 ч (до постоянной массы). Тигель, содержащий двуокись кремния, охлаждают в эксикаторе. Взвешивают тигель с осадком (m_1). Увлажняют осадок в тигле несколькими каплями воды, добавляют 5 капель серной кислоты (п. 4.3) и 5—10 см³ фтористоводородной кислоты (п. 4.7) и выпаривают раствор до удаления кремния и серной кислоты. Затем помещают тигель с примесями в муфельную печь и прокаливают при температуре от 1000 до 1100°С до постоянной массы.

Тигель охлаждают и взвешивают (m_2).

6.6. Контрольный опыт

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

7. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Расчет

Содержание кремния (X_{Si}) в процентах по массе вычисляют по формуле

$$X_{Si}=\frac{0{,}4674\cdot[(m_1-m_2)-(m_1'-m_2')]\cdot 100}{m_0}\cdot K,$$

где m_1 — масса тигля с двуокисью кремния, г;

m_2 — масса тигля с примесями, г;

m_1' — масса тигля с двуокисью кремния контрольного опыта, г;

m_2' — масса тигля с примесями контрольного опыта, г;

m_0 — масса навески пробы, г.

K — коэффициент пересчета содержания кремния на содержание его в сухом материале.

Примечание. Если требуется выразить содержание кремния в процентах по массе в виде двуокиси кремния (SiO_2), то полученный результат следует умножить на коэффициент 2,139.

7.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений приведены в табл. 4.

Таблица 4

Содержание кремния, %	Допускаемое расхождение, %	
	Два параллельных определения	Три параллельных определения
От 0,5 до 1,0	0,06	0,07
» 1,0 » 2,0	0,08	0,10
» 2,0 » 5,0	0,13	0,15
» 5,0 » 10,0	0,18	0,20
» 10,0 » 20,0	0,26	0,30

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), **Н. А. Зобнина, Н.Н. Шавкунова, Л. И. Бармина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.11.90 № 2824

3. Срок первой проверки — 1997 г.
Периодичность проверки — 10 лет

4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 1205—89 в части 2 и 3

5. Стандарт соответствует ИСО 5890—81 в части гравиметрического хлорно-кислотного метода

6. ВЗАМЕН ГОСТ 22772.5—77

7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 83—79	2.1, 3.1; 4.1
ГОСТ 3118—77	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 3765—78	4.1
ГОСТ 4199—76	4.1
ГОСТ 4204—77	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4217—74	2.1
ГОСТ 4328—77	4.1
ГОСТ 4332—76	2.1; 3.1
ГОСТ 4461—77	2.1; 3.1
ГОСТ 4526—75	2.1
ГОСТ 5456—79	4.1
ГОСТ 6563—75	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 9428—73	4.1
ГОСТ 10484—78	2.1; 3.1
ГОСТ 10929—76	3.1; 4.1
ГОСТ 11293—78	2.1
ГОСТ 16598—80	1.2
ГОСТ 20490—75	4.1
ГОСТ 22180—76	2.1; 4.1
ГОСТ 22772.0—77	1.1; 2.3.1; 3.3.1; 4.3.1; 4.3.2
ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1
ИСО 4297—78	Приложение

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 03.12.90 Подп. к печ. 11.01.91 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,08 уч.-изд. л.
Тираж 3000 экз. Цена 45 к

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2424