УДК 622.349.3-15:546.284-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения двуокиси кремния

Raremetallic concentrates.
Methods for the determination
of silicon dioxide

ГОСТ
25702.7—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1614 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3361 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает методы определения двуокиси кремния:

фотометрический в лопаритовом (при массовой доле от 1,5 до 3 %), иттросинхизитовом (при массовой доле от 5 до 10 %) и танталитовом (при массовой доле от 1 до 20%) концентратах;

гравиметрический в ниобиевом (пирохлоровом) (при массовой доле от 7 до 15 %) и цирконовом (при массовой доле от 28 до 30 %) концентратах.

При разногласиях в оценке качества лопаритового концентрата определение проводят фотометрическим методом по пп. 2.2.1.1 и 2.2.1.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

gost.e-ecolog.ru

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В ЛОПАРИТОВОМ, ИТТРОСИНХИЗИТОВОМ И ТАНТАЛИТОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

Метод основан на реакции образования β-кремнемолибденовой гетерополикислоты в кислой среде и фотометрировании окраски раствора.

Отделение основных количеств мешающих элементов проводят осаждением их гидратов или карбонатов после сплавления пробы с гидратом окиси натрия, его смесью с перекисью натрия или содой и буры.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000 °С.

Плитка электрическая.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60 или спектрофотометр типа СФ-46.

pH-метр типа pH-121.

Тигли платиновые вместимостью 30 см³.

Банки полиэтиленовые вместимостью 200 и 1000 см³.

Воронки полиэтиленовые или фторопластовые.

Воронка Бюхнера.

Колбы мерные вместимостью 50, 250 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 5 и 20 см³ без делений.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³ с делениями.

Цилиндры мерные вместимостью 100 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см³.

Стаканы фторопластовые вместимостью 50 и 200 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы с молярной концентрацией 1 моль/дм³ и 3 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из этилового спирта в следующих условиях: навеску молибденовокислого аммония массой 250 г помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 400 см³ нагретой до 80 °С воды, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан вместимостью 1000 см³, со-

держащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Из перекристаллизованной соли готовят раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³ следующим образом: 25 г молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 200 см³ нагретой до 50—60 °С воды. Раствор охлаждают, устанавливают pH-7 раствором аммиака, разбавленным 1:1, с помощью pH-метра, фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Вода дважды перегнанная (бидистиллат); хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, прокаленная при 900 °С и измельченная.

Основной раствор двуокиси кремния готовят следующим образом: навеску двуокиси кремния массой 0,2 г помещают в платиновый тигель, перемешивают с 2 г углекислого натрия и сплавляют в муфельной печи при 900—950 °С до получения прозрачного плава. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 250 см³, заливают 100 см³ горячей воды и выщелачивают плав при слабом нагревании. Затем тигель удаляют из стакана обмывая его стенки горячей водой. Раствор охлаждают, переводят в стакан вместимостью 1000 см³, разбавляют приблизительно до 900 см³ водой, подкисляют раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ (~объем 30—35 см³) до pH-1,5, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Полученный раствор тотчас же переводят в полиэтиленовую банку.

1 см³ раствора содержит 0,2 мг двуокиси кремния.

2.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе лопаритового концентрата

Тигли железные вместимостью 50 см³.

Тигли никелевые вместимостью 50 см³.

Тигли стеклоуглеродные вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 200 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4 и с молярной концентрацией 0,9 и 0,05 моль/дм³.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ в серной кислоте с концентрацией 0,05 моль/дм³.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

Натрия перекись.

Калий метабисульфит.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 25 г/дм³.

Промывную жидкость готовят следующим образом: к 1 дм³ раствора сернокислого натрия с массовой концентрацией 10 г/дм³ прибавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

2,6-динитрофенол (бетадинитрофенол), водный раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

2.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе иттросинхизитового концентрата

Колбы мерные вместимостью 200 см³.

Бумага индикаторная Конго.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—76.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и прокаленной буры в отношении 2:1.

Аммоний молибденовокислый, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³; готовят разбавлением в два раза водой раствора реактива приготовленного по п. 2.1.

2.1.3. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе танталитового концентрата

Тигли никелевые вместимостью 50 см³.

Тигли железные вместимостью 50 см³.

Тигли стеклоуглеродные вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 см³.

Бумага индикаторная Конго.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

2.1—2.1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Анализ лопаритового концентрата

2.2.1.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 1 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность

застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,2 г, а сверху 1 г перекиси натрия и сплавляют в муфельной печи при 600—700 °С в течение 10—15 мин до получения однородного плава. Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан вместимостью 200 см³, заливают горячей водой и оставляют на 30 мин до полного выщелачивания плава. Затем тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой, сливая промывные воды в стакан. К содержимому стакана прибавляют 0,5 г метабисульфита калия, тщательно перемешивают и дают отстояться. Фильтруют раствор в полиэтиленовую банку вместимостью 200 см³. Осадок на фильтре промывают несколько раз промывной жидкостью, присоединяя промывные воды к фильтрату.

Фильтрат переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и быстро переводят в полиэтиленовую банку.

Аликвотную часть щелочного раствора 20 см³ помещают во фторопластовый стакан вместимостью 50 см³, добавляют 1,5 см³, раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³ и по каплям раствор марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания. Розовую окраску марганцовокислого калия разрушают, прибавляя по каплям раствор соли Мора. Подготовленный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, подкисляют раствором серной кислоты с концентрацией 1 моль/дм³ (~3 см³) до pH 1,4—1,5, доводят водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин, используя светофильтр с максимумом светопропускания ~400 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу двуокиси кремния находят по градуировочному графику.

2.2.1.2. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4.0 и 5,0 см³ основного раствора двуокиси кремния, разбавляют водой до 30 см³, подкисляют раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ до pH-1,5 (устанавливают с помощью pH-метра), добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и вновь подкисляют раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ (3 см³) до pH-1,5. После прибавления каждого реактива содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны

~400 нм, относительно одновременно приготовленного «нулевого» раствора, содержащего все реактивы, кроме основного раствора двуокиси кремния.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график.

2.2.1.1; 2.2.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.1.3. Анализ лопаритового концентрата (ускоренный вариант).

2.2.1.3.1. В никелевый тигель помещают 3 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,5 г и сплавляют в муфельной печи при 600 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава. Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан вместимостью 200 см³, заливают 70 см³ горячей воды и оставляют на песчаной бане до полного выщелачивания плава. Затем тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой 3—4 раза, сливая промывные воды в стакан, и вновь выдерживают на песчаной бане 10 · 15 мин. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Фильтруют 20—30 см³ раствора через двойной фильтр «синяя лента» в сухой фторопластовый стакан вместимостью 50 см³. Аликвотную часть щелочного раствора объемом 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 · 3 капли раствора 2,6-динитрофенола и нейтрализуют раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, до обесцвечивания раствора, прибавляют 6 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,9 моль/дм³, 3 см³ раствора аммония молибденовокислого, доводят до метки водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~400 нм, относительно раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

2.2.1.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят микробюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 см³ основного раствора двуокиси кремния, прибавляют 2—3 капли раствора 2,6-динитрофенола, нейтрализуют раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, до обесцвечивания раствора, приливают 6 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,9 моль/дм³, 3 см³ раствора аммония молибденовокислого, доводят до метки водой, перемешивают и через 10 мин

измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~400 нм, относительно одновременно приготовленного «нулевого» раствора, содержащего все реактивы, кроме основного раствора двуокиси кремния.

2.2.1.3—2.2.1.3.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.2.2. Анализ иттросинхизитового концентрата

2.2.2.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в платиновый тигель, тщательно перемешивают с 3 г смеси для сплавления. Тигель помещают в муфельную печь и сплавляют навеску в течение 20—30 мин при 900 °С. После охлаждения тигель переносят во фторопластовый стакан вместимостью 200 см³, заливают 100 см³ горячей воды и медленно выщелачивают плав при слабом нагревании (кипячения следует избегать). Затем тигель удаляют из стакана, обмывая его стенки горячей водой. Раствор охлаждают и фильтруют через сухой фильтр во фторопластовый стакан. Осадок на фильтре несколько раз промывают горячей водой, присоединяя промывные воды к фильтрату. Полученный раствор нейтрализуют раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³ до изменения окраски индикаторной бумаги Конго, после чего переливают раствор в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть анализируемого раствора 2—5 см³ (в зависимости от содержания двуокиси кремния) и помещают в стакан вместимостью 50 см³, приливают 1,5 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³, разбавляют водой до 30 см³, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и вновь подкисляют раствор раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ до pH 1,4 (устанавливают с помощью pH-метра). После прибавления каждого реактива содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу двуокиси кремния находят по градуировочному графику.

2.2.2.2. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ основного раствора двуокиси кремния, разбавляют водой до 30 см³, подкисляют раствором серной кислоты с молярной кон-

центрацией 1 моль/дм³ до pH-1,5 (устанавливают с помощью pH-метра), добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и вновь подкисляют раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ (~3 см³) до pH-1,4. После прибавления каждого реактива содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают, через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.2.1, относительно одновременно приготовленного «нулевого» раствора, содержащего все реактивы, за исключением основного раствора двуокиси кремния.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график.

2.2.2.1; 2.2.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.3. Анализ танталитового концентрата

2.2.3.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,1 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава. По охлаждении тигель помещают во фторопластовый стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 50 см³ горячего раствора хлористого натрия и выщелачивают плав при умеренном нагревании в течение 5—10 мин. Затем тигель удаляют из стакана, обмывая его стенки тем же горячим раствором хлористого натрия. При окрашивании раствора в зеленый цвет соединениями марганца к раствору приливают 1—2 см³ этилового спирта и кипятят в течение 2—3 мин.

Раствор охлаждают и вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором хлористого натрия, перемешивают и сразу же переливают в сухую полиэтиленовую посуду.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухой фторопластовый стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают аликвотную часть анализируемого раствора пробы 5—20 см³ (в зависимости от содержания двуокиси кремния) и помещают во фторопластовый стакан вместимостью 50 см³, приливают 3 см³ раствора лимонной кислоты, разбавляют водой до 30 см³, нейтрализуют раствор раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³ до pH 1,4—1,5 с помощью pH-метра, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, вновь

подкисляют раствор раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ до pH 1,4—1,5. После прибавления каждого реактива содержимое стакана перемешивают фторопластовой палочкой. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют через 10 мин на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волны 400 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

2.2.3.2. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ основного раствора двуокиси кремния, приливают по 3 см³ раствора лимонной кислоты, разбавляют водой до 30 см³, подкисляют раствор раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ до pH 1,4—1,5 (устанавливают с помощью pH-метра), добавляют по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и вновь подкисляют раствор раствором серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ до pH 1,4—1,5. После прибавления каждого реактива содержимое стакана перемешивают фторопластовой палочкой. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.3.1, относительно одновременно приготовленного «нулевого» раствора, содержащего все реактивы, за исключением основного раствора двуокиси кремния.

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

2.2.3.1; 2.2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, $см^3$;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграмм.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Анализируемый концентрат	Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
Лопаритовый	1,50	0,15
	2,0	0,2
	2,50	0,25
	3,0	0,3
Иттросинхизитовый	5,0	0,5
	7,0	0,7
	10,0	1,0
Танталитовый	1,0	0,2
	5,0	1,0
	10,0	2,0
	15,0	2,5
	20,0	3,0

2.3.1; 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ) И ЦИРКОНОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

Метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты, обезвоживании путем выпаривания сернокислого раствора и последующем взвешивании двуокиси кремния. Ниобий и титан удерживают в растворе в виде пироксидных и винокислых комплексов.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 950—1000 °С.

Тигли никелевые вместимостью 50 $см^3$.

Тигли платиновые вместимостью 30 $см^3$.

Тигли серебряные вместимостью 30 $см^3$.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 $см^3$.

Воронки стеклянные.

Мензурки вместимостью 10, 50 и 100 $см^3$ с делениями.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100; 200 или 250 см³.

Стекла часовые.

Эксикатор.

Бумага индикаторная универсальная.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» или «белая лента».

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:2, 1:4.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Натрия перекись.

3.1.1. Материалы, реактивы и растворы при анализе (пирохлорового) концентрата

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:9 и 1:20.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с концентрацией 100 г/дм³.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

3.1.2. Аппаратура и растворы при анализе цирконового концентрата.

Колбы мерные вместимостью 100, 250 и 1000 см³.

Микробюретки вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 10 и 25 см³ без делений.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:100.

Кислота аскорбиновая, раствор с концентрацией 10 г/дм³.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с концентрацией 150 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленная 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с концентрацией 50 г/дм³, готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 800 см³ и растворяют в 500—600 см³ воды при нагревании, не доводя до кипения. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и прибавляют 100 см³ уксусной кислоты, перемешивают и разбавляют водой до метки, еще раз перемешивают. Если после прибавления уксусной кислоты раствор остается мутным, его фильтруют через фильтр «синяя лента». Раствор хранят в темной склянке. Раствор пригоден для применения в течение недели.

Смесь восстановительную готовят следующим образом: 15 г винной кислоты и 1 г аскорбиновой кислоты помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают приблизительно 90 см³ воды, перемешивают, растворяя содержимое стакана на холоде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют

водой до метки, перемешивают. Раствор пригоден в течение 3—4 сут.

Рабочий раствор двуокиси кремния готовят следующим образом: аликвотную часть основного раствора, равную 25 см³, отбирают пипеткой и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор разбавляют водой до метки и перемешивают. Рабочий раствор применяют в день приготовления.

1 см³ раствора содержит 0,05 мг двуокиси кремния.

3.1—3.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Анализ ниобиевого (пирохлорового) концентрата

3.2.1.1. В серебряный, никелевый или стеклоуглеродный тигель помещают 3 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску концентрата массой 0,3 г, 1 г перекиси натрия, прикрывают тигель крышкой и сплавляют в муфельной печи в течение 20 мин при постепенном увеличении температуры до 700 °С. Расплавленную массу перемешивают вращательным движением тигля до получения однородного плава.

После охлаждения плав выщелачивают 40 см³ горячей воды в стакан вместимостью 200 см³, осторожно нейтрализуют раствор серной кислотой, разбавленной 1:4, по универсальной индикаторной бумаге до pH 6 и затем прибавляют 20 см³ серной кислоты, 0,1 г борной кислоты и упаривают раствор до густых паров серной кислоты. После охлаждения добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и вновь упаривают до паров серной кислоты. **После охлаждения содержимое стакана растворяют в 100 см³ горячей** серной кислоты, разбавленной 1:9 и содержащей 5 см³ перекиси водорода и 10 см³ раствора винной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом, помещают на электрическую плитку, умеренно нагревают (не выше 60 °С) при помешивании до растворения солей. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают и тщательно промывают серной кислотой, разбавленной 1:20, содержащей 2 см³ перекиси водорода, а затем два раза горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, осторожно **высушивают, озоляют, избегая воспламенения, прокаливают в** муфельной печи в течение 40 мин при 1000 °С, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до достижения постоянной массы.

Взвешенный осадок смачивают 2—3 каплями воды, приливают 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, и 5 см³ фтористово-

дородной кислоты. Тигель помещают на электрическую плитку с закрытой спиралью и осторожно выпаривают при умеренном нагревании до прекращения выделения паров серной кислоты. Сухой остаток прокаливают в течение 20 мин при 1000 °С в муфельной печи, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Массу двуокиси кремния вычисляют по разности между первым и вторым взвешиванием, т. е. до и после обработки нерастворимого остатка фтористоводородной кислоты.

3.2.2. *Анализ цирконового концентрата*

3.2.2.1. В серебряный, никелевый или стеклоуглеродный тигель помещают 3 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,3 г, 1 г перекиси натрия и сплавляют в течение 20 мин при постепенном увеличении температуры до 700 °С. Расплавленную массу перемешивают вращательным движением тигля до получения однородного плава.

После охлаждения тигля плав выщелачивают с помощью 40 см³ горячей воды в стакан вместимостью 250 см³, обмывая стенки тигля горячей водой. Вначале полученный раствор нейтрализуют раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, по универсальной индикаторной бумаге до pH 6—7, а затем прибавляют 27 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1. Стакан с раствором помещают на электроплитку и упаривают до выделения густых паров серной кислоты. (Появившийся в первый момент нагревания обильный белый осадок при дальнейшем нагревании растворяется). После охлаждения содержимое стакана (I) осторожно переводят в другой стакан (II) вместимостью 250 см³, куда предварительно прибавлено 50 см³ воды, стенки стакана (I) обмывают теплой водой. Полученный раствр в стакане (II) накрывают часовым стеклом и помещают на электроплитку, покрытую асбестом, и нагревают при температуре не выше 60 °С до растворения солей при помешивании, а затем до коагуляции осадка кремниевой кислоты. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента» и тщательно промывают 100 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:100, а затем 3—5 раз горячей водой, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см³, раствор фильтрата разбавляют до метки водой и перемешивают (фильтрат используют для фотометрического определения двуокиси кремния). Фильтрат с осадком помещают в платиновый тигель, осторожно высушивают, озоляют, избе-

гая воспламенения, прокаливают в муфельной печи в течение 40 мин при 1000 °С, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Взвешенный осадок смачивают 2—3 каплями воды, приливают 1 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:2 и 5 см³ фтористоводородной кислоты. Тигель помещают на электроплитку с закрытой спиралью и осторожно выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты. Сухой остаток прокаливают в течение 20 мин при 1000 °С в муфельной печи, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Массу выделенной двуокиси кремния в граммах вычисляют по разности между первым и вторым взвешиванием, т. е. до и после обработки нерастворимого остатка серной и фтористоводородной кислотами.

3.2.2; 3.2.2.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2.2.2. *Фотометрическое определение двуокиси кремния в растворе фильтрата*

Отбирают аликвотную часть анализируемого раствора фильтрата, равную 10 см³ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 40 см³ воды, 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 15—20 мин. Затем добавляют 5 см³ восстановительной смеси, перемешивают, разбавляют до метки водой и еще раз перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~700 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают.

Массу двуокиси кремния находят по градуировочному графику.

3.2.2.3. Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью 100 см³ вводят микробюреткой 0,0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ рабочего раствора двуокиси кремния, что соответствует 50, 75, 100, 125 и 150 мкг двуокиси кремния. В каждую колбу приливают по 10 см³ раствора фильтрата контрольного опыта, по 40 см³ воды, по 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 15—20 мин. Затем добавляют по 5 см³ восстановительной смеси, перемешивают и разбавляют до метки водой и еще раз перемешивают. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Через 50 мин измеряют оптическую плотность раствора, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~700 нм и кювету

с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график.

3.2.2.2; 3.2.2.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.3. **Обработка результатов**

3.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X) в пересчете на сухое вещество в процентах при анализе ниобиевого (пирохлорового) концентрата вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки осадка серной и фтористоводородной кислотами, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки осадка серной и фтористоводородной кислотами, г;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

3.3.2. Массовую долю двуокиси кремния (X) в пересчете на сухое вещество в процентах при анализе цирконового концентрата вычисляют по формуле

$$X = \frac{(x_1 + x_2) \cdot K}{m} \cdot 100,$$

где x_1 — массовая доля двуокиси кремния, найденная по п. 3.2.2.1, г;

x_2 — массовая доля двуокиси кремния, найденная по п. 3.2.2.2, г;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.2.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_1), найденную по п. 3.2.2.1, в граммах вычисляют по формуле

$$X_1 = m_1 - m_2,$$

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки осадка серной и фтористоводородной кислотами, г;

m_2 — масса тигля с осадком после обработки осадка серной и фтористоводородной кислотами, г.

3.3.2.2. Массовую долю двуокиси кремния (X_2), найденную по п. 3.2.2.2 в граммах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot V}{V_1 \cdot 1000},$$

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

V — объем анализируемого раствора фильтрата, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора фильтрата, взятый для определения, см^3;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

3.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений в анализе ниобиевого (пирохлорового) и цирконового концентратов не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Анализируемый концентрат	Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
Ниобиевый (пирохлоровый)	7,0	0,4
	15,0	0,7
Цирконовый	28,0	0,9
	30,0	1,0

3.3.2.1—3.3.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru