МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 11—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.343-15:546.284-31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Методы определения двуокиси кремния

Copper concentrates.
Methods for determination of silicon dioxide

ГОСТ 15934.4—80

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает гравиметрический и фотометрический методы определения массовой доли двуокиси кремния от 0,5 до 32 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.
(Измененная редакция, Изм. № 2).
1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0 и ГОСТ 26100.
(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ 5—32 %

Метод основан на осаждении кремниевой кислоты из солянокислого раствора в присутствии желатина и гравиметрическом определении двуокиси кремния.
(Введен дополнительно, Изм. № 1).
2.1. Реактивы и растворы
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:2 и 2:98.
Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 или калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293, свежеприготовленный раствор 10 г/дм^3: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 30—40 см^3 воды и дают постоять в течение 1 ч, периодически перемешивая стеклянной палочкой. Затем стакан с содержимым помещают в горячую воду и при перемешивании нагревают до растворения желатина. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 100 см^3 и вновь перемешивают.
Аммоний роданистый по ГОСТ 27076, раствор 100 г/дм^3.
Смесь кислот соляной и азотной в отношении 3:1, свежеприготовленная.
(Измененная редакция, Изм. № 2).
2.2. Проведение анализа
(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2.2.1. Навеску медного концентрата массой 0,50—1,00 г помещают в стакан вместимостью 150 см³, смачивают водой, приливают 30 см³ соляной кислоты и нагревают в течение 15 мин. Затем прибавляют 10 см³ смеси кислот соляной и азотной, стакан накрывают стеклом и продолжают нагревание до прекращения бурного выделения окислов азота. Стекло снимают, обмывают водой и убирают, а раствор выпаривают досуха. Приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют еще два раза.

К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты, 50—60 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Фильтруют через плотный фильтр, в конус которого вложена фильтробумажная масса, промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты (2:98), затем 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют фильтр и сплавляют с 10-кратным по массе количеством углекислого натрия или калия-натрия углекислого при температуре 1000—1050 °С до получения однородного подвижного плава.

Плав растворяют в растворе соляной кислоты (1:1), тигель обмывают водой и присоединяют раствор к первому фильтрату. Объединенный раствор выпаривают до влажных солей. Приливают 20 см³ соляной кислоты (1:2), перемешивают стеклянной палочкой, добавляют 5 см³ раствора желатина, перемешивают стеклянной палочкой в течение 5 мин, еще раз добавляют 5 см³ раствора желатина и снова перемешивают стеклянной палочкой в течение 5 мин. После этого приливают 30—40 см³ горячей воды и оставляют на 15—20 мин.

Фильтруют осадок на плотный фильтр и промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (2:98), затем горячей водой до отрицательной реакции промывных вод на ион железа с раствором роданистого аммония и еще 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают осадок в течение 1—1,5 ч в муфельной печи при температуре 1000—1100 °С, после чего охлаждают и взвешивают.

Осадок в тигле смачивают водой, приливают 8—10 капель раствора серной кислоты (1:1), 5—8 см³ фтористоводородной кислоты и нагревают до прекращения выделения паров серной кислоты. Содержимое тигля вновь прокаливают в муфельной печи при той же температуре в течение 15—20 мин, охлаждают и взвешивают.

Фильтрат и остаток в тигле сохраняют для определения окисей кальция, магния и алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса тигля с осадком до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески концентрата, г.

2.3, 2.3.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений сходимости (d_n) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений (d_n)	анализов (D)
От 0,50 до 1,00 включ.	0,10	0,20
Св. 1,00 » 2,00 »	0,15	0,30
» 2,00 » 4,00 »	0,20	0,35
» 4,00 » 8,00 »	0,25	0,45
» 8,00 » 16,00 »	0,35	0,60
» 16,00 » 32,00 »	0,5	0,8

2.3.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ 27329 не реже одного раза в полгода.

Результаты анализа проб считаются правильными, если при использовании стандартного образца воспроизведенная массовая доля данного компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на 0,71 *D*, приведенного в таблице.

2.3.2, 2.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ 0,5—5 %

Метод основан на реакции образования окрашенного соединения кремнемолибденовой кислоты с последующим восстановлением ее в сернокислом растворе аскорбиновой кислотой или тиомочевиной до молибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 650—700 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 900 °С с контрольной и регулирующей аппаратурой.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 0,25 и 4 моль/дм^3.

Перекись натрия.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор 50 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 50 г/дм^3, или тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 200 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм^3.

Двуокись кремния.

Растворы двуокиси кремния.

Раствор А. Навеску двуокиси кремния массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 50—100 см^3, приливают 10—15 см^3 раствора гидроокиси натрия и нагревают до растворения навески. Охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки раствором гидроокиси натрия и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг двуокиси кремния.

Раствор Б. Отбирают 5 см^3 раствора А и помещают ее в железный тигель. Высушивают, прибавляют 2—3 г перекиси натрия и сплавляют при температуре 650—720 °С. Тигель сначала ставят на край муфеля, затем переносят в горячую зону. После полного расплавления содержимого тигель вынимают из муфеля, осторожно охлаждают и помещают в стакан, куда предварительно налито 30—50 см^3 воды. Прикрывают стакан покровным стеклом, так как выщелачивание плава протекает бурно, с выделением обильных паров. После охлаждения раствор помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают. Фильтруют в сухую посуду, фильтр с окалиной отбрасывают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,02 мг двуокиси кремния.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 20 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Проведение анализа

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.2.1. Навеску медного концентрата массой 0,1—0,5 г помещают в железный тигель и тщательно перемешивают с 3—4 г перекиси натрия. Сверху засыпают тонким слоем перекиси. Сплавляют в муфеле при температуре 650—700 °С, сначала ставят на край муфеля и затем постепенно передвигают в горячую зону муфеля. После полного расплавления плава тигель вынимают из муфеля и охлаждают. Помещают в стакан с горячей водой, закрыв стакан покровным стеклом. После выщелачивания раствор вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250—500 см^3. Быстро, в один прием приливают 10 или 20 см^3 соляной кислоты, интенсивно перемешивая. Раствор охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают. Фильтруют через двойной плотный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

Из отфильтрованного раствора отбирают 5 см^3 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 воды, 5 см^3 раствора серной кислоты концентрацией 0,25 моль/дм^3 и 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония. После перемешивания оставляют раствор на 10—15 мин для образования кремнемолибденовой кислоты.

Затем приливают в колбу 10—15 см³ раствора серной кислоты концентрации 4 моль/дм³, 50 см³ воды, перемешивают и добавляют 2—3 см³ раствора аскорбиновой кислоты или 20 см³ раствора тиомочевины до восстановления трехвалентного железа и 2 см³ раствора сернокислой меди. Если указанного объема аскорбиновой кислоты недостаточно, то приливают еще 2—3 см³. После этого раствор в мерной колбе разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 680 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу двуокиси кремния устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.2. Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1, 2, 4, 6 и 8 см³ раствора Б двуокиси кремния. Приливают по 10 см³ воды, 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 0,25 моль/дм³ и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. Перемешивают и далее продолжают анализ, как описано в п. 3.2.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

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

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

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

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

3.2.2—3.3.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать величин, приведенных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.3. Контроль правильности результатов анализа — по п. 2.3.3.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3.4. При разногласиях в оценке массовой доли двуокиси кремния применяют гравиметрический метод.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

Раздел 4. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ю.Н. Семавин, Э.Н. Гадзалов, Э.Б. Маковская, В.Г. Соколова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.04.80 № 1981**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15934.4—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1
ГОСТ 2082.0—81	1.2	ГОСТ 6344—73	3.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1	ГОСТ 10484—78	2.1
ГОСТ 3765—78	3.1	ГОСТ 11293—89	2.1
ГОСТ 4165—78	3.1	ГОСТ 26100—84	1.2
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1	ГОСТ 27067—86	2.1
ГОСТ 4328—77	3.1	ГОСТ 27329—87	1.1, 2.3.3
ГОСТ 4332—76	2.1		

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 16.04.91 № 507**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., апреле 1991 г. (ИУС 7—85, 7—91)**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.05.99. Подписано в печать 09.07.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 114 экз. С3297. Зак. 565.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru