МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:546.284-31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения двуокиси кремния

ГОСТ 11884.3—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of silicon dioxide

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания двуокиси кремния при массовой доле ее от 0,5 до 10 %.

Метод основан на образовании окрашенной в желтый цвет кремнемолибденовой гетерополикислоты и последующем фотоколориметрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.

1.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 11884.15.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или типа КФК-2-УХЛ4.2;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:2 и раствор молярной концентрации эквивалента 1 моль/дм^3;

бумагу индикаторную «Конго»;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180;

кислоту кремниевую безводную (двуокись кремния) по ГОСТ 9428;

натрий углекислый (безводный) по ГОСТ 83 и раствор с массовой долей 1 %;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %, приготовленный следующим образом: 50 г кристаллического молибденовокислого аммония (пара) растворяют в 1 дм^3 горячей воды, pH раствора должен быть не менее 7 (устанавливают добавлением раствора гидроокиси натрия);

стандартные растворы кремниевой кислоты:

раствор А, приготовленный следующим образом: сплавляют в платиновом тигле 1,0 г двуокиси кремния с 5 г карбоната натрия (безводного). Плав выщелачивают водой, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, прибавляют 5 г гидроокиси натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б, приготовленный следующим образом: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доливают раствором углекислого натрия до метки.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

1 см³ раствора Б содержит 0,2 мг двуокиси кремния.

Растворы хранят в сосудах из полиэтилена.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,1 г сплавляют с 3 г углекислого натрия (безводного) в платиновом тигле. Сначала тигель нагревают у отверстия открытой муфельной печи, а затем передвигают его в зону с температурой (1000±50) °С и сплавляют при этой температуре в течение 20 мин. Затем тигель охлаждают и плав выщелачивают водой при нагревании, приливая ее в тигель небольшими порциями. Тигель нагревают до полного растворения плава. Водные вытяжки с осадком гидроокисей собирают в полиэтиленовый стакан. Для концентратов с высоким содержанием закиси марганца (10—18 %) водные вытяжки оставляют на ночь для коагуляции осадка.

Раствор фильтруют через фильтр с белой лентой, собирая фильтрат в другой полиэтиленовый стакан. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой. Раствор подкисляют разбавленной 1:2 серной кислотой до окрашивания бумаги Конго в сиреневый цвет. Затем раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. В мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора объемом 20 см³ (10 см³ при анализе вольфрамового концентрата марок КШ-1 и КМШ-3); если раствор окрашен, прибавляют несколько кристалликов щавелевой кислоты до обесцвечивания, приливают 10 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 1 моль/дм³ и 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают раствор водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание двуокиси кремния по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ отмеривают при помощи микробюретки 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 и 0,7 мг двуокиси кремния. Приливают 10 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 1 моль/дм³ и 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям двуокиси кремния строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. 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, см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости ($d_{вс}$), приведенных в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,50 до 1,00 включ.	0,05	0,06
Св. 1,00 » 2,00 »	0,08	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,1	0,2
» 5,0 » 10,0 »	0,2	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ф.М. Мумджи (руководитель темы), **З.С. Сентар, И.В. Мартынова, С.А. Балахнина**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.78 № 2769

3. ВЗАМЕН ГОСТ 11885—66

4. Стандарт полностью унифицирован с УСТ 1887—77.

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.1
ГОСТ 213—83	Вводная часть
ГОСТ 3765—78	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 9428—73	2.1
ГОСТ 11884.15—82	1.2, 1.3
ГОСТ 22180—76	2.1
ГОСТ 27329—87	1.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—84, 4—90)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 27.07.99. Подписано в печать 24.08.99. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,40. Тираж 118 экз. С 3547. Зак. 692.

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