УДК 622.346.2-15:546.28—31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Методы определения двуокиси кремния

Molibdenum concentrates.
Methods for the determination
of silicon dioxide content

ГОСТ 2082.4—81

Взамен
ГОСТ 2082.4—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический и гравиметрический методы определения двуокиси кремния (при содержании от 0,1 до 15 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2082.0—81.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при содержании двуокиси кремния от 0,1 до 1 %)

Метод основан на образовании кремнемолибденовой гетерополикислоты после выделения кремниевой кислоты в сернокислой среде и сплавления с углекислым натрием.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:2, 1 н. раствор и раствор с pH 1,5; готовят следующим образом: 60 см³ 1 н. раствора кислоты разбавляют водой до 1000 см³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор; готовят следующим образом: 52,97 г молибденовокислого аммония растворяют в 1000 см³ горячей воды.

gost.e-ecolog.ru

Конго красный по ГОСТ 5552—74.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрий кремнекислый по ГОСТ 4329—77.

Стандартные растворы двуокиси кремния:

раствор А; готовят следующим образом: 4,734 г кремнекислого натрия помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют в 80—100 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора А содержит 1 мг двуокиси кремния (точное содержание устанавливают гравиметрическим методом). Отбирают аликвоту 20 см³ в стакан вместимостью 250 см³ и выпаривают почти досуха. Далее от слов «К остатку в стакане приливают 20 см³ разбавленной 1:2 соляной кислоты и т. д.» п. 2.2.3.1;

раствор Б свежеприготовленный; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают до метки раствора серной кислоты с pH 1,5.

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

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску концентрата массой 1 г (при содержании двуокиси кремния от 0,1 до 0,5 %) или 0,5 г (при содержании двуокиси кремния от 0,5 до 1 %) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают сначала под стеклом, затем, сняв его, до прекращения выделения окислов азота. Далее приливают 10 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и продолжают нагревание до выделения густых паров серного ангидрида.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 50 см³ воды и нагревают до кипения. Нерастворимый остаток количественно переносят на плотный фильтр и промывают 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, а затем прокаливают при температуре 450—500 °С. Тигель с остатком охлаждают, прибавляют 2 г углекислого натрия, перемешивают, покрывают сверху еще 1 г углекислого натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре 1100 °С до полного расплавления массы. Тигель с содержимым вынимают из муфельной печи, охлаждают, помещают в полиэтиленовый стакан и выщелачивают плав 50 см³ горячей воды, а затем для ускорения выщелачивания приливают 10—15 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1. После полного выщелачивания плава тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой и к раствору приливают разбавленную 1:2 серную кислоту до изменения окраски бумажки «конго красный» в сиреневый цвет. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Сразу же в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают пипет-

кой 20 см³ раствора, приливают 10 см³ 1 н. раствора серной кислоты, 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. Измерение оптической плотности растворов проводят в течение 1 ч после их подготовки к колориметрированию.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание двуокиси кремния в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ отмеривают бюреткой 0,5; 1,0, 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор не отмеривают. В колбы приливают по 10 см³ 1 н. раствора серной кислоты, по 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают до метки водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который стандартный раствор двуокиси кремния не вводили.

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

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000},$$

где C — количество двуокиси кремния, найденное по градуировочному графику, мг;

200 — объем испытуемого раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см³.

2.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,3	0,03
Св. 0,3 » 0,5	0,06
» 0,5 » 1	0,10

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при содержании двуокиси кремния в концентратах выше 1%)

Метод основан на осаждении кремниевой кислоты из солянокислого раствора путем коагуляции ее желатином.

3.1. Реактивы и растворы

Применяют все реактивы и растворы, приведенные в п. 2.1, и дополнительно следующие:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1, 1:2, 1:99;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—78;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 10 г/дм^3; готовят следующим образом: 1 г желатина растворяют в 100 см^3 нагретой до 70 °С воды при перемешивании до полного растворения. Применяют только свежеприготовленные растворы. Если раствор при взбалтывании не образует устойчивой пены, он не пригоден.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3. Растворение навески, выделение кремниевой кислоты и сплавление ее с углекислым натрием проводят, как указано в п. 2.2.1.

Тигель с содержимым вынимают из муфельной печи, охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом и осторожно приливают небольшими порциями разбавленную 1:2 соляную кислоту до прекращения выделения пузырьков углекислого газа. Тигель из стакана вынимают и обмывают разбавленной 1:99 соляной кислотой. Раствор выпаривают почти досуха. К остатку в стакане приливают 20 см^3 разбавленной 1:2 соляной кислоты и 2 см^3 раствора желатина, перемешивая после каждого добавления реактива. Через 1—2 мин при перемешивании к раствору приливают еще 2 см^3 раствора желатина и оставляют при комнатной температуре на 20 мин, периодически перемешивая. Затем приливают 50 см^3 горячей воды, перемешивают и снова оставляют на 15—20 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 6—8 раз горячей разбавленной 1:99 соляной кислотой, а затем 5—6 раз горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, прокаливают в течение 1 ч в муфельной печи при 1100 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Затем остаток в тигле смачивают 2—3 каплями серной кислоты, приливают 8—10 см^3 фтористоводородной кислоты, нагревают до прекращения выделения паров серной кислоты, вновь прокаливают в муфельной печи при той же температуре в течение 15—20 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

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.

3.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 1 до 2	0,14
Св. 2 » 3	0,18
» 3 » 5	0,22
» 5 » 8	0,28
» 8 » 10	0,32
» 10 » 15	0,36

Изменение № 1 ГОСТ 2082.4—81 Концентраты молибденовые. Методы определения двуокиси кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.88 № 3886 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.4—81)

По всему тексту стандарта заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм³».

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить значение: 10—15 см³ на 3—15 см³.

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.4—81 Концентраты молибденовые. Методы определения двуокиси кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле».

Пункт 2.1. Заменить слова: «конго красный по ГОСТ 5552—74» на «Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6—09—1181—76».

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить слова. «После полного выщелачивания плава тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой и к раствору приливают разбавленную 1:2 серную кислоту до изменения окраски бумажки «конго красный» в сиреневый цвет» на «После полного выщелачивания плава тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой и к раствору приливают разбавленную 1:2 серную кислоту до pH 1—2 по изменению окраски универсальной индикаторной бумаги».

Разделы 2, 3 (наименование), пункт 2.2.1 (первый абзац). Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле» (3 раза).

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции: «2.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,04
Св. 0,30 » 0,50 »	0,06	0,07
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,12

(Продолжение см. с. 20)

Пункт 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 11293—89.

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 1,00 до 2,00 включ.	0,14	0,20
Св. 2,00 » 3,00 »	0,18	0,23
» 3,00 » 5,00 »	0,22	0,28
» 5,00 » 8,00 »	0,28	0,32
» 8,00 » 10,00 »	0,32	0,36
» 10,00 » 15,00 »	0,36	0,42

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru