ГОСТ 25542.1—93
(ИСО 1232—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.1—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.1—82

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 669.712:546.72—31:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Метод определения диоксида кремния

Alumina. Method for the determination of silicon dioxide

ГОСТ 25542.1—93 (ИСО 1232—76)

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения диоксида кремния *при массовой доле от 0,01* до *0,2* %. Массовая доля оксида ванадия и оксида фосфора до 0,02 %.

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 25389 Глинозем. Методы подготовки проб.

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Образование окисленного *(гетерополикислоты)* молибдосиликата (желтого) при определенной кислотности *(pH 0,85—0,95)* и концентрации реактивов, температуры и времени.

Восстановление *аскорбиновой кислотой* комплекса в сильной сернокислой среде в присутствии винной кислоты *до кремнемолибденовой сини.*

Спектрофотометрическое измерение восстановленного окрашенного комплекса при длине волны 815 нм *в области светопропускания от 620 до 650 нм.*

Издание официальное

4. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Обычная лабораторная аппаратура.

Чашка платиновая с плоским дном диаметром 70 мм, высотой 35 мм и прилагающаяся к ней платиновая крышка.

Печи электрические, отрегулированные на температуры (500±±50) °С и от 1000 до 1025 °С.

pH-метр

Спектрофотометр

Примечание Стеклянные детали следует осторожно промыть горячей хромовосерной кислотой, приняв все необходимые меры предосторожности.

Для щелочных растворов не следует использовать стеклянную посуду.

При анализе используют только реактивы ч.д.а. и дистиллированную воду.

Карбонат натрия безводный по ГОСТ 83.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Натрий *или аммоний молибденово-кислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.*

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 8 и 0,14 моль/дм^3.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: 0,2500 г тонко растертого предварительно прокаленного в течение 1 ч при температуре 1000 °С и охлажденного в эксикаторе диоксида кремния помещают в платиновый тигель, перемешивают с 5 г углекислого натрия и сплавляют *10—15 мин.* при температуре 900—950 °С до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают при нагревании в воде в платиновой, серебряной или никелевой чашке, тигель ополаскивают в эту же чашку. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см^3 раствора А содержит 0,00025 г диоксида кремния.

Раствор Б: 20,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г диоксида кремния.

Раствор Б: 20,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 17,5 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 0,000005 г диоксида кремния.

Натрий тетраборно-кислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

Раствор-фон I: 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборно-кислого натрия помещают в платиновую чашку, перемешивают и растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 48 см³ раствора азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор-фон II: 10 г борной кислоты и 24 г углекислого натрия перемешивают, растворяют при нагревании в 150 см³ воды в платиновой чашке вместимостью 200 см³. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 500 см³, содержащий 74 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³. Фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение массовой доли диоксида кремния при разложении пробы глинозема азотной кислотой

4.1.1. В зависимости от массовой доли диоксида кремния отбирают аликвотную часть азотно-кислого раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, согласно табл. 1 или *табл. 2* и помещают в стакан вместимостью 100 см³.

Таблица 1

Объем основного раствора, см³	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г	Объем воды, который следует добавить к аликвотной части, см³
500	50	0,50	0
250	25	0,50	5

Раствор разбавляют водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора молибденово-кислого аммония и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля диоксида кремния, %	*Объем аликвотной части раствора пробы, см³*	*Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г*
От 0,01 до 0,03	*25*	*0,5*
Св. 0,03 » 0,07	*10*	*0,2*
» 0,07 » 0,2	*5*	*0,1*

Устанавливают pH раствора от 0,85 до 0,95 добавлением из бюретки раствора азотной кислоты или раствора аммиака.

Разбавляют, если необходимо, раствор так, чтобы объем раствора после прибавления раствора азотной кислоты или аммиака был 65 см³, и снова измеряют pH.

Добавленное количество раствора азотной кислоты или аммиака записывают. Раствор выбрасывают.

4.1.2. Из того же раствора пробы отбирают вновь такую же аликвотную часть и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема 50 см³, добавляют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в количестве, определенном в п. 4.1.1, разбавляют, если необходимо, водой до 60 см³ и добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают и оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С, затем к раствору добавляют 5 см³ раствора винной кислоты, 22 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 815 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 620 до 650 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу диоксида кремния в растворе находят по градуировочному графику.

4.1.3. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 25 см³ раствора-фона I. Затем добавляют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в количестве, определенном предварительно следующим образом: 25,0 см³ раствора-фона I помещают в стакан вместимостью 150 см³, добавляют 10 см³ воды, 15 см³ стандартного раствора Б, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают. Устанавливают pH раствора от 0,85 до 0,95 добавлением из бюретки растворов азотной кислоты или аммиака. Добавленное количество раствора аммиака или азотной кислоты записывают.

Раствор отбрасывают.

После добавления раствора-фона I и необходимого количества раствора азотной кислоты или аммиака в мерные колбы отбирают 0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,000125; 0,00015 и 0,0002 г диоксида кремния. Все колбы доливают водой до объема 60 см³, добавляют по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С и далее поступают согласно п. 4.1.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора кремния.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам диоксида кремния строят градуировочный график.

4.2. Определение массовой доли диоксида кремния при разложении пробы серной кислотой

4.2.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в платиновый тигель, прибавляют 1 г борной кислоты, 2,4 г углекислого натрия, тщательно перемешивают и сплавляют при температуре 1000 °С в течение 15 мин, предварительно помещая тигель с содержимым на 5—10 мин в более холодную часть муфеля до прекращения потрескивания.

После охлаждения плав выщелачивают горячей водой в стакан, в который предварительно отмеряют бюреткой 13,1 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³. Остаток оксида железа в тигле растворяют в 1,7 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³, отмеренного бюреткой, нагревая содержимое тигля в течение 3—5 мин. Раствор присоединяют к основному раствору.

Тигель 2—3 раза ополаскивают горячей водой. Содержимое стакана нагревают до полного растворения осадка, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Этот раствор используют также для определения массовой доли оксида железа.

Для проведения контрольного опыта смесь углекислого натрия с борной кислотой помещают в платиновом тигле в муфельную печь на 1—2 мин только для расплавления смеси. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой в стакан, в который предварительно отмеривают бюреткой 7,4 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³.

В зависимости от массовой доли диоксида кремния отбирают пипеткой аликвотную часть основного раствора объемом 5—25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем раствор разбавляют до объема 55 см³ раствором серной кислоты 0,14 моль/дм³,

приливают 5 см³ молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем приливают 25 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³, обмывая стенки колбы, перемешивают, через 2—3 мин приливают при перемешивании 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 815 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 620 до 650 нм.

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

Массу диоксида кремния в растворе находят по градуировочному графику.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая приливают из бюретки 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,000025; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,000125 и 0,00015 г диоксида кремния. В каждую колбу приливают по 25 см³ раствора-фона II и объем раствора в каждой колбе доводят до 55 см³ раствором серной кислоты 0,14 моль/дм³, приливают по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее анализ продолжают, как указано в п. 4.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора кремния.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам диоксида кремния строят градуировочный график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю диоксида кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1}{m V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса диоксида кремния, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем основного раствора, см³;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³.

5.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля диоксида кремния, %	Допускаемое расхождение % (абс.)	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,012
Св. 0,03 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,20 »	0,03	0,04

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	4	ГОСТ 9428—73	4
ГОСТ 3760—79	4	ГОСТ 9656—75	4
ГОСТ 3765—78	4	ГОСТ 25389—93	2
ГОСТ 4199—76	4	ГОСТ 25542.0—93	2
ГОСТ 4204—77	4	ГОСТ 27798—93	2
ГОСТ 4461—77	4	ГОСТ Р 50332.1—92	2; 4.1.1
ГОСТ 5817—77	4		

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Н. Л. Шкайдер*

Сдано в наб. 25.05.95. Подп. в печ. 09.08.95. Усл. п. л. 0,58. Усл. кр.-отт. 0,58. Уч.-изд. л. 0,50. Тир. 420 экз. С 2731.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1463
ПЛР № 040138

Изменение № 1 ГОСТ 25542.1—93 Глинозем. Метод определения диоксида кремния

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12.11.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3133

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79	Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 3760—79	Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78	Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4199—76	Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77	Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77	Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5817—77	Кислота винная. Технические условия
ГОСТ 9428—73	Кремний (IV) оксид. Технические условия
ГОСТ 9656—75	Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 23201.3—94	Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.
ГОСТ Р 50332.1—92	
ГОСТ 25389—93	Глинозем. Подготовка пробы к испытанию
ГОСТ 25542.0—93	Глинозем. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 27798—93	Глинозем. Отбор и подготовка проб»

Стандарт дополнить разделом — 2а:

«2а. Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25542.0».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. Сущность метода

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании при pH 0,85—0,95 желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановлении ее аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности раствора при длине волны 815 нм или в области светопропускания от 620 до 650 нм».

Раздел **«4. Аппаратура и реактивы»**. Заменить номер: **4** на **4а**.

третий — пятый абзацы изложить в новой редакции:

«Печи электрические, обеспечивающие температуру нагрева (400±50) °С и от 1000 до 1025 °С.

pH-метр или иономер.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр»;

четырнадцатый, пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с концентрацией эквивалента 8 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с концентрацией эквивалента 8 и 0,14 моль/дм³»;

двадцать второй абзац. Заменить слова: «Раствор Б» на «Раствор В».

Пункт 4.1. Заменить слова: «азотной кислотой» на «с использованием азотной кислоты».

Пункт 4.1.1. Таблица 1. Графа «Объем воды». Заменить значение: 5 на 25;

таблицу 2 дополнить графой:

Объем раствора-фона 1, см³
0
15
25

второй абзац. Заменить слова: «Раствор разбавляют водой до объема 50 см³» на «В стакан».

Пункт 4.1.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Из того же раствора пробы вновь отбирают аликвотную часть согласно таблицам 1 и 2 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³,

добавляют раствор азотной кислоты или аммиака в количестве, определенном в п. 4.1.1, разбавляют при необходимости водой до 60 $см^3$ и добавляют 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают и оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С. Затем к раствору добавляют 5 $см^3$ винной кислоты, 22 $см^3$ раствора серной кислоты 8 моль/$см^3$, 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают;

второй абзац дополнить словами: «проведенный через все стадии анализа».

Пункт 4.2. Заменить слова: «серной кислотой» на «с использованием серной кислоты».

Пункт 4.2.1. Пятый абзац после слов «вместимостью 100 $см^3$» дополнить словами: «Если на определение отобрано менее 25 $см^3$ раствора, то к нему добавляют раствор-фон II до объема 25 $см^3$».

Пункт 5.2 после слов «Допускаемые расхождения» дополнить словами: «наибольшего и наименьшего».

(ИУС № 8 1999 г.)

gost.e-ecolog.ru