УДК 666.232.91:543.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Метод определения полуторных окислов

Fluorite. Method for the determination of sesquioxides

ГОСТ 7619.5—81

Взамен ГОСТ 7619.5—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1195 срок действия установлен

снято ограничение срока действия Н-92/ **с 01.01. 1982 г. до 01.07. 1987 г.**

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает гравиметрический метод определения содержания полуторных окислов при массовой доле от 0,1 до 5 %.

Метод основан на осаждении полуторных окислов уротропином после отделения сульфата бария и окисления железа в растворе, полученном после обработки навески серной и фтористоводородной кислотами и сплавления остатка с углекислым калием-натрием. Осадок полуторных окислов прокаливают при 900—1000 °С до постоянной массы и взвешивают.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 7619.0—81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

печь электрическую муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С;

термопару термоэлектрическую хромель-алюмелевую ТХА по ГОСТ 6616—74;

чашки платиновые по ГОСТ 6563—75;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

gost.e-ecolog.ru

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1 и 1:4;
кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10784—78;
калий-натрий углекислый, безводный по ГОСТ 4332—76;
водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76;
метиловый красный (4-диметиламиноазобензол-2 карбоновая кислота) по ГОСТ 5853—51, 0,1 %-ный спиртовой раствор;
аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 г/дм³, нейтрализованный аммиаком до пожелтения индикатора метилового красного;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;
уротропин (гексаметилентетрамин) по ГОСТ 1381—73, раствор 250 г/дм³;
азотнокислое серебро по ГОСТ 1277—75, 1 %-ный раствор;
бумагу конго.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску плавикового шпата массой 1 г помещают в платиновую чашку, увлажняют 3—4 каплями воды, приливают 3 см³ серной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. Затем содержимое чашки охлаждают, доливают 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Выпаривание с фтористоводородной кислотой повторяют трижды. Остаток охлаждают, обмывают стенки чашки водой, добавляют 2—3 капли серной кислоты и выпаривают досуха.

Далее к содержимому чашки добавляют 10 г калия-натрия углекислого и сплавляют при 850—900 °С в течение 10—15 мин. Плав выщелачивают горячей водой в стакан вместимостью 300 см³, осторожно добавляют 20 см³ соляной кислоты и 3—4 капли пергидроля. Раствор кипятят в течение 5 мин, после чего фильтруют через плотный фильтр в стакан вместимостью 600 см³. Осадок на фильтре промывают горячей водой, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты. Общий объем фильтра и промывных вод должен быть не менее 350—400 см³. Полученный раствор нейтрализуют раствором аммиака до начала покраснения индикаторной бумаги конго. Затем добавляют несколько капель соляной кислоты, разбавленной 1:4, до перехода цвета индикаторной бумаги конго в сиреневый цвет, приливают 15 см³ уротропина и раствор выдерживают в течение 10 мин при температуре около 80 °С, не доводя его до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором азотнокислого аммония до исчезновения реакции на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра, подкисленного азотной кислотой).

Осадок с фильтром помещают во взвешенный платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 900—1000 °С

в течение 1 ч. После охлаждения в эксикаторе тигли с осадком взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю полуторных окислов (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса полуторных окислов, г;

m — масса навески плавикового шпата, г.

4.2. Расхождение для соответствующего интервала содержания полуторных окислов между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Массовая доля полуторных окислов, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,3	0,1
Св. 0,3 » 1	0,15
» 1 » 3	0,2
» 3 » 5	0,25

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Изменение № 1 ГОСТ 7619.5—81 Шпат плавиковый. Метод определения полуторных окислов

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.86 № 2180 срок введения установлен

с 01.01.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1769.

(ИУС № 10 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 7619.5—81 Шпат плавиковый. Метод определения полуторных окислов

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2164

Дата введения 01.07.92

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность между результатами параллельных определений и результатами анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.5—81)

Массовая доля полуторных оксидов, %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,30 вкл.	0,07	0,10
Св. 0,30 » 1,00 »	0,12	0,15
» 1,00 » 3,00 »	0,15	0,20
» 3,00 » 5,00 »	0,20	0,25

ИУС № 4 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru