УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения двуокиси кремния

Refractory materials and products.
Methods for the determination of
silicon dioxide

ОКСТУ 1509

ГОСТ 2642.3—86

(СТ СЭВ 2215—80,
СТ СЭВ 2216—80,
СТ СЭВ 2887—81,
СТ СЭВ 4545—84)

Взамен
ГОСТ 2642.3—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1311 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, огнеупорные материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, магнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-известковые, известковые, магнезиально-силикатные и устанавливает методы определения двуокиси кремния: гравиметрические методы (при массовой доле двуокиси кремния от 2 до 99 %); дифференциальный фотометрический метод (при массовой доле двуокиси кремния от 10 до 70 %); прямой фотометрический метод (при массовой доле двуокиси кремния от 0,2 до 10 %); гравиметрический щавелевокислый метод (при массовой доле двуокиси кремния от 90 до 99 %); гравиметрический метод с применением хлорной кислоты для хромсодержащих огнеупоров (при массовой доле двуокиси кремния от 2 до 10 %) и фотометрический метод для хромсодержащих огнеупоров (при массовой доле двуокиси кремния до 5 %).

Настоящий стандарт не распространяется на огнеупорные материалы и изделия, содержащие бескислородные соединения кремния, например, карбид кремния.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2215—80, СТ СЭВ 2216—80, СТ СЭВ 2887—81, СТ СЭВ 4545—84.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ (при массовой доле двуокиси кремния от 2 до 99%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на обезвоживании кремниевой кислоты в солянокислой среде и ее коагуляции с помощью желатина в кремнеземистых и алюмосиликатных материалах и в сернокислой среде — в хромсодержащих огнеупорах. Двуокись кремния определяют по разности массы прокаленного ее осадка до и после обработки фтористоводородной и серной кислотами.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный с автоматическим регулированием температуры.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до (1000±50) °С.

Чашки стеклоуглеродные № 2.

Тигли и чашки платиновые № 100—7, 100—9 и 118—3 по ГОСТ 6563—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый безводный: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при (400±20) °С.

Смесь для сплавления: натрий углекислый и тетраборнокислый безводные смешивают в соотношении 4:1 или калий-натрий углекислый и натрий тетраборнокислый безводный смешивают в соотношении 4:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 3:1, 1:3 и 5:95.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, водный раствор 0,04 г/см^3, свежеприготовленный: 4 г желатина помещают в термостойкий стакан, доливают до 100 см^3 водой и растворяют при нагревании не выше 80 °С.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 0,01 г/см^3.

Метиловый оранжевый, водный раствор 1 г/дм^3.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. При анализе алюмосиликатных и кремнеземистых материалов навеску пробы массой 1 г помещают в платиновый тигель и, если проба содержит органические вещества или свободный

углерод, навеску прокаливают при (600±20) °С в окислительной среде. Затем пробу смешивают с 5—6 г смеси для сплавления, присыпая сверху еще 0,5—1 г смеси для сплавления. Смесь сплавляют в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 10—20 мин.

Для сплавления материалов с массовой долей окиси алюминия менее 30 % в качестве плавня используют калий-натрий углекислый. Время сплавления 5—7 мин.

Тигель вынимают из печи и выливают его содержимое в платиновую или чашку из стеклоуглерода. Остывший тигель помещают в термостойкий стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 40 см^3 соляной кислоты (3:1) и нагревают стакан, поворачивая тигель с помощью стеклянной палочки до полного разложения сплава на стенках тигля. Тигель обмывают над стаканом малыми порциями воды, обтирают влажным кусочком беззольного фильтра. В стакан опускают остывший сплав, закрывают часовым стеклом и помещают стакан на электроплитку со слабым нагревом. После разложения сплава часовое стекло убирают, а содержимое стакана выпаривают досуха.

Стакан охлаждают, прибавляют 20 см^3 соляной кислоты, нагревают на электрической плитке со слабым нагревом 5—7 мин для размягчения солей, вводят 3 см^3 раствора желатина, энергично перемешивают содержимое стакана в течение 3 мин и оставляют стоять при комнатной температуре не менее 15 мин.

Доливают в стакан 60 см^3 теплой воды (40—60 °С), перемешивают до полного растворения солей и фильтруют через фильтр средней плотности диаметром 11 см, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Осадок на фильтре и стакан промывают 3 раза теплым раствором соляной кислоты (5:95), 3—4 раза теплой водой, после чего обтирают палочку и стакан влажным кусочком беззольного фильтра, осадок переносят количественно на фильтр. Продолжают промывать осадок на фильтре теплой водой до отрицательной реакции промывных вод на хлорион (к 2—3 см^3 фильтрата добавляют 2—3 капли раствора азотнокислого серебра).

Фильтр обрабатывают 6 каплями серной кислоты (1 : 1), помещают в платиновый тигель, сушат, медленно озоляют в муфельной печи и прокаливают при (1000±50) °С в течение 1 ч, тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до достижения постоянной массы.

Осадок в тигле смачивают 2—3 см^3 воды, вводят 2—3 капли концентрированной серной кислоты, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Остаток в тигле прокаливают при (1000±50) °С в течение 15—20 мин и взвешивают. Прокаливают еще 10 мин до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Остаток в тигле сплавляют с 1—2 г смеси для сплавления,

выщелачивают в разбавленной (1:3) соляной кислоте, полученный раствор соединяют с основным фильтратом. Фильтрат в мерной колбе вместимостью 500 см³ разбавляют до метки водой, перемешивают (раствор 1) и используют для определения алюминия, железа, титана, кальция, магния.

2.3.2. При анализе хромсодержащих огнеупорных материалов, масс и изделий навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновый тигель № 9, смешивают с 5—7 г пиросернокислого калия и осторожно сплавляют в муфельной печи в течение 30 мин, постепенно перемещая тигель в зону нагрева (900±50) °С.

Остывший сплав переводят горячей водой в стакан вместимостью 300—400 см³, охлаждают, осторожно приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают содержимое стакана, умеренно нагревая до появления паров серного ангидрида. Через 1—2 мин с момента выделения густых белых паров стакан снимают с плитки и охлаждают до комнатной температуры на листе асбеста. Затем приливают осторожно по стенкам при перемешивании 100 см³ воды и снова нагревают до растворения солей.

Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента» диаметром 9 см, отмывают горячей водой до исчезновения кислой реакции в промывных водах по метиловому оранжевому, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см³.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при (1000±50) °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до постоянной массы.

Прокаленный осадок смачивают водой, прибавляют 3—5 капель серной кислоты, 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Остаток в тигле прокаливают при (1000±50) °С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до постоянной массы.

Остаток в тигле сплавляют с 1—2 г пиросернокислого калия, растворяют и присоединяют к основному фильтрату после отделения кремниевой кислоты (раствор 2).

2.4. **Обработка результатов**

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

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

где m_1 — масса тигля с прокаленным осадком двуокиси кремния до обработки кислотами, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки кислотами и прокаливания, г;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,2 до 0,5 включ.	0,04
Св. 0,5 » 1,0 »	0,06
» 1,0 » 2,0 »	0,08
» 2,0 » 5,0 »	0,10
» 5,0 » 10,0 »	0,20
» 10,0 » 25,0 »	0,30
» 25,0 » 50,0 »	0,4
» 50,0 » 99,0 »	0,5

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (при массовой доле двуокиси кремния от 10 до 70%)

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы щелочным плавлением, переведении кремниевой кислоты в желтый кремнемолибденовый комплекс с последующим восстановлением его до синего и измерении оптической плотности растворов дифференциальным методом в области светопропускания 600—750 нм.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до (1000±50) °С.

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый безводный: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при (400±20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

Смесь для сплавления: натрий углекислый, натрий тетраборнокислый безводный и калий углекислый смешивают в соотношении 1:1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор молярной концентрации эквивалента 0,125 моль/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленная 1:1.

Кислота аскорбиновая.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Кислота лимонная моногидрат по ГОСТ 3652—69.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х.ч., раствор 50 г/дм³: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 500—600 см³ воды при нагревании, не доводя до кипения. Полученный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», прибавляют 100 см³ уксусной кислоты (1:1) и доводят водой до 1000 см³. Если после прибавления уксусной кислоты раствор станет мутным, еще раз фильтруют. Раствор хранят в сосуде из темного стекла; пригоден в течение 1 недели.

Смесь восстановительная: 5 г лимонной или 15 г винной кислоты и 1 г аскорбиновой кислоты растворяют на холоду в 100 см³ воды. Раствор пригоден в течение 4—5 сут.

Кислота кремниевая водная по ГОСТ 4214—78, х.ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч.

Стандартные растворы двуокиси кремния: 0,25 г кремниевой кислоты, предварительно прокаленной в течение 1 ч при (1000±±50) °С, сплавляют в платиновом тигле с 5 г смеси для сплавления. Сплав растворяют в полиэтиленовом сосуде в 300 см³ воды с добавлением 20 г гидроокиси натрия. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде (раствор А). Стандартный раствор А с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,0005 г/см³. Раствор пригоден в течение 2—3 мес.

Градуировочный стандартный раствор: 25 см³ стандартного раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 250 см³, применяют раствор в день приготовления (раствор Б). Градуировочный стандартный раствор Б с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,00005 г/см³.

Для приготовления стандартного раствора двуокиси кремния допускается использование стандартных образцов.

Массу навески стандартного образца алюмосиликатного огнеупора (m) в граммах для 1 дм³ стандартного раствора с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,00005 г/см³ вычисляют по формуле

$$m = \frac{0{,}00005 \cdot 1000 \cdot 100}{C},$$

где C — аттестованное значение массовой доли двуокиси кремния в стандартном образце, %.

Стандартные растворы двуокиси кремния из стандартных образцов применяют свежеприготовленными.

Навеску стандартного образца массой, рассчитанной по формуле, помещают в платиновый тигель, смешивают с 3—4 г смеси для сплавления и сплавляют в течение 5—10 мин в муфельной печи при (1000±50) °С до получения совершенно прозрачного

расплава. Расплав распределяют тонким слоем по стенкам тигля, вращая его при помощи щипцов.

Тигель со сплавом после остывания помещают в стакан, в который предварительно налита смесь 200 см³ раствора соляной кислоты (1:3) и 40 см³ раствора трилона Б, нагретая до кипения. Растворяют при нагревании без кипячения при помешивании до полного растворения сплава. Полученный прозрачный раствор охлаждают, сразу же переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают, хранят в полиэтиленовом сосуде. Стандартный раствор с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,00005 г/см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм³.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Навеску материала массой 0,2 г (при массовой доле двуокиси кремния от 10 до 40 %) или массой 0,1 г (при массовой доле двуокиси кремния от 40 до 70 %) сплавляют в платиновом тигле с 3—4 г смеси для сплавления в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 5—15 мин. Сплав распределяют по стенкам тигля, вращая его щипцами. Остывший тигель со сплавом опускают в стакан, в который предварительно налита смесь 200 см³ раствора соляной кислоты (1:3) и 40 см³ раствора трилона Б, нагретая до кипения. Растворяют при нагревании без кипячения при помешивании до полного растворения сплава. Полученный прозрачный раствор сразу же переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Для определения двуокиси кремния в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора, равную 10 см³, приливают 50 см³ раствора серной кислоты 0,125 моль/дм³, 10 см³ раствора молибдата аммония, перемешивают и оставляют на 15—20 мин, затем приливают 5 см³ восстановительной смеси, перемешивают, доливают водой до метки, снова перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность синего кремнемолибденового комплекса на фотоколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 600—750 нм) в кювете с толщиной слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор кремнемолибденового комплекса, полученный в условиях проведения анализа из 7 см³ стандартного раствора двуокиси кремния при массовой доле его от 40 до 70 %, и соответственно раствор кремнемолибденового комплекса, полученный из 4 см³ стандартного раствора при массовой доле двуокиси кремния от 10 до 40 %.

Массу двуокиси кремния в граммах находят по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочных графиков

3.3.2.1. Для построения градуировочного графика для определения двуокиси кремния при массовой доле от 40 до 70 % в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают следующие аликвотные части стандартного раствора Б двуокиси кремния: 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0; 14,0 см³, что соответствует 0,00040; 0,00045; 0,00050; 0,00055; 0,00060; 0,00065; 0,00070 г двуокиси кремния. Прибавляют соответственно 6,0; 5,0; 4,0; 3,0; 2,0; 1,0 см³ воды.

Далее определение проводят по п. 3.3.1, используя в качестве раствора сравнения раствор, содержащий 0,00035 г двуокиси кремния.

По найденным средним арифметическим значениям оптической плотности из трех серий опытов и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график.

3.3.2.2. Для построения градуировочного графика для определения двуокиси кремния при массовой доле от 10 до 40 % в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора двуокиси кремния: 5,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; см³, что соответствует 0,00025; 0,00030; 0,00040; 0,00050; 0,00060; 0,00070; 0,00080 г двуокиси кремния. Прибавляют соответственно 11,0; 10,0; 8,0; 6,0; 4,0; 2,0 см³ воды.

Далее определение проводят по п. 3.3.1, используя в качестве раствора сравнения раствор, содержащий 0,00020 г двуокиси кремния.

По найденным средним арифметическим значениям оптической плотности из трех серий опытов и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график.

3.4. **Обработка результатов**

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

$$X_1 = \frac{m \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m_1},$$

где m — масса двуокиси кремния, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора см³;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

4. ПРЯМОЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

(при массовой доле двуокиси кремния от 0,2 до 10 %)

4.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы щелочным плавлением, переведением кремниевой кислоты в желтый кремнемолибденовый комплекс с последующим восстановлением его до синего и фотометрическом измерении оптической плотности растворов в области светопропускания 600—750 нм.

4.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 3.2 и дополнительно:

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при (400±20) °С.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и безводного тетраборнокислого натрия в соотношении 2:1.

Стандартные растворы двуокиси кремния: готовят по п. 3.2 из двуокиси кремния или используя стандартные образцы.

Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,000025 г/см^3: 25 см^3 стандартного раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см^3; применяют раствор в день приготовления (раствор В).

Массу навески стандартного образца соответствующего типа огнеупорного материала для стандартного раствора с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,000025 г/см^3 вычисляют по п. 3.2. Масса навески стандартного образца должна быть не менее 0,1 г.

4.3. **Проведение анализа**

4.3.1. Навеску материала массой 0,2 г (при массовой доле двуокиси кремния от 0,2 до 5 %) или массой 0,1 г (при массовой доле двуокиси кремния от 5 до 10 %) смешивают в платиновом тигле с 4—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 20—25 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см^3 соляной кислоты (1:3), нагретой до кипения (при анализе муллитокорундовых и корундовых проб в этот же стакан приливают 20 см^3 0,05 моль/дм^3 раствора трилона Б). Растворяют при нагревании без кипячения при помешивании. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора, равную 10 см^3, прибавляют 50 см^3 0,125 моль/дм^3 раствора серной кислоты, 10 см^3 раствора молибдата аммония и оставляют на 15—20 мин, затем приливают 5 см^3 раствора восста-

новительной смеси, перемешивают, доводят до метки водой, перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора синего кремнемолибденового комплекса на фотоколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 600—750 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы по ходу анализа.

Массу двуокиси кремния в граммах находят по градуировочному графику.

Если массовая доля двуокиси кремния меньше 0,50 %, то для анализа отбирают аликвотную часть исходного раствора, равную 20 см^3.

4.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора В двуокиси кремния: 0,4; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0 см^3, что соответствует 0,000010; 0,000025; 0,000075; 0,000125; 0,000175; 0,000225; 0,000275 г двуокиси кремния. Во все колбы прибавляют соответственно 10,6; 10,0; 8,0; 6,0; 4,0; 2,0 см^3 воды по 50 см^3 0,125 моль/дм^3 раствора серной кислоты, по 10 см^3 раствора молибдата аммония и оставляют на 15—20 мин. Затем приливают по 5 см^3 раствора восстановительной смеси, перемешивают, доводят водой до метки, перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре, как указано в п. 4.3.1. По найденным средним значениям оптической плотности из трех серий измерений и соответствующим им массам двуокиси кремния в граммах строят градуировочный график.

4.4. **Обработка результатов**

4.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 200 \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

где m — масса двуокиси кремния, найденная по градуировочному графику, г;

200 — объем исходного раствора, см^3;

V — объем аликвотной части раствора, см^3;

m_1 — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

5. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ
(при массовой доле двуокиси кремния от 90 до 99%)

5.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении навески пробы щавелевой и фтористоводородной кислотами и гравиметрическом определении двуокиси кремния по разности масс навески пробы и остатка после удаления кремния в виде SiF_4.

5.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1000—1100 °С.

Тигли платиновые № 100—7 или 100—9 по ГОСТ 6563—75.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76 и насыщенный раствор.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

5.3. **Проведение анализа**

В платиновый тигель, доведенный до постоянной массы, помещают навеску массой 0,5 г, прибавляют 0,2—0,3 г щавелевой кислоты и 10 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты.

Тигель помещают на электроплитку со слабым нагревом. Выпаривают при периодическом помешивании до состояния влажных солей. В остывший тигель добавляют 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Сухой остаток смачивают 1 $см^3$ насыщенного раствора щавелевой кислоты и снова выпаривают досуха, до полного удаления налета щавелевой кислоты. Остаток прокаливают в муфельной печи при (1000±50) °С в течение 10—15 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до достижения постоянной массы. Остаток в тигле сплавляют с пиросернокислым калием, растворяют горячей водой с добавлением 20 $см^3$ соляной кислоты (1:3) и используют для определения окисей железа, алюминия, кальция (раствор 3).

5.4. **Обработка результатов**

5.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2} - m_3,$$

где m — масса тигля с навеской пробы, г;

m_1 — масса тигля с прокаленным остатком, г;

m_2 — масса навески, г;

m_3 — массовая доля потери массы при прокаливании, % (определяют по ГОСТ 2642.2—86).

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

6. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРАХ

(при массовой доле двуокиси кремния свыше 2%)

6.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы смесью кислот, содержащих хлорную кислоту, которая способствует выделению двуокиси кремния. Хром удаляют в виде хлористого хромила. Двуокись кремния определяют по разности масс прокаленного осадка двуокиси кремния до и после его обработки фтористоводородной и серной кислотами.

6.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Тигли и чашки платиновые по ГОСТ 6563—75.

Шкаф сушильный с автоматическим регулированием температуры.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1000—1100 °С.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Смесь кислот: 2440 см^3 хлорной кислоты и 375 см^3 азотной кислоты разбавляют 225 см^3 воды и перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрий тетраборнокислый, безводный: тетраборнокислый натрий 10-водный по ГОСТ 4199—76 предварительно обезвоживают в платиновой чашке на электрической плитке, а затем в муфельной печи при постепенном повышении температуры от 600 до (900±50) °С. Полученный плавленый тетраборнокислый натрий охлаждают, растирают в порошок и сохраняют в банке для сыпучего материала или в эксикаторе.

Смесь для сплавления: углекислый натрий смешивают с безводным тетраборнокислым натрием в соотношении 2:1.

6.3. **Проведение анализа**

Способ разложения пробы зависит от вида анализируемых материалов и изделий:

при анализе хромовой руды и необожженных огнеупорных материалов и изделий навеску пробы массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 5 см^3 азотной кислоты и кипятят;

при анализе высокообожженных изделий навеску пробы массой 1,0 г спекают в платиновом тигле с 1,2 г углекислого натрия в течение 1 ч при (1000±50) °С. Содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 см^3 и обмывают тигель горячей водой.

Далее разложение пробы выполняют одинаково для обеих групп материалов.

В стакан приливают от 30 до 50 см^3 хлорной кислоты и 5 см^3 серной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают на электрической плитке до образования густого белого дыма (начало разложения пробы). Слегка снижают температуру и нагревание продолжают до полного разложения пробы. К концу разложения пробы можно наблюдать выделение кристаллического ангидрида хрома, который замедляет растворение пробы. Тогда содержимое стакана охлаждают, прибавляют 2—3 см^3 воды и снова продолжают нагревание. При разложении пробы всегда необходим избыток хлорной кислоты для удержания хрома шестивалентным. Если раствор зеленеет, надо добавить 10 см^3 хлорной кислоты и продолжать разложение.

После окончания разложения пробы хром удаляют в виде красного летучего соединения хлористого хромила. Не прекращая нагрева, в раствор вводят небольшими порциями хлористый натрий или соляную кислоту.

Одновременно с удалением хлористого хромила происходит восстановление хрома, что сопровождается изменением цвета из оранжевого в зеленый. Новую порцию хлористого натрия или соляной кислоты вводят только, когда раствор снова окрасится в оранжевый цвет.

Ввиду сильной ядовитости соединений хрома работы, связанные с удалением хлористого хромила, допускается проводить только в шкафах с хорошей тягой.

После удаления хрома (уходящие пары станут бесцветными) раствор охлаждают, добавляют 100—150 см^3 горячей воды.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности, промывают теплым раствором соляной кислоты (5:95), а затем тщательно горячей водой, особенно края фильтра, во избежание взрыва при озолении его, который может вызвать потери кремниевой кислоты.

Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, фильтр озоляют, осадок прокаливают при (1100±50) °С в муфельной печи от 30 до 40 мин. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаленный осадок увлажняют несколькими каплями воды, прибавляют 5 капель серной кислоты, 8—10 см^3 фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают на электроплитке досуха, не доводя до кипения. Остаток прокаливают 10 мин при (1100±50) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Остаток в тигле сплавляют с 1 г смеси для сплавления, растворяют в 25 см^3 соляной кислоты (1:1) и добавляют к фильтрату

в мерной колбе вместимостью 500 см³. Этот раствор может быть исходным для определения других компонентов.

6.4. **Обработка результатов**

6.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100,$$

где m — масса тигля с прокаленным осадком двуокиси кремния до обработки кислотами, г;

m_1 — масса тигля после обработки осадка кислотами и прокаливания, г;

m_2 — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 2,0 до 5,0 включ.	0,15
Св. 5,0 » 10,0 »	0,20
» 10,0	0,30

7. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В ХРОМСОДЕРЖАЩИХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле двуокиси кремния до 5%)

7.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении навески щелочным плавлением. Кремниевая кислота в кислой среде до pH 2 образует с молибденовокислым аммонием желтый комплекс кремнемолибденовой кислоты, который при восстановлении аскорбиновой кислотой переходит в кремнемолибденовую синь. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 800—820 нм или при использовании красного светофильтра.

7.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают по п. 6.2.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводный смешивают в соотношении 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 0,125 моль/дм^3: в стакан, содержащий 500 см^3 воды, осторожно, при постоянном перемешивании вливают 7 см^3 серной кислоты. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки, перемешивают.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленная 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х.ч., раствор 50 г/дм^3: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в примерно 500 см^3 воды и нагревают до 60—70 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», прибавляют 50 см^3 раствора уксусной кислоты и доводят водой до 1000 см^3, хранят в сосуде из пластмассы не более 1 недели.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Кислота аскорбиновая.

Раствор восстановительный, свежеприготовленный: 1,0 г аскорбиновой кислоты и 15,0 г винной кислоты растворяют в воде на холоду и доводят водой до 100 см^3.

Стандартный раствор двуокиси кремния: готовят из стандартного образца хромовой руды или другого хромсодержащего материала.

Массу навески стандартного образца (m) в миллиграммах для стандартного раствора, содержащего 0,025 мг двуокиси кремния в 1 см^3, вычисляют по формуле

$$m = \frac{0{,}025 \cdot V \cdot 100}{C},$$

где V — объем стандартного раствора, см^3;

C — массовая доля двуокиси кремния в стандартном образце, %.

Навеску массой, рассчитанной по формуле, помещают в платиновый тигель и смешивают с 3—5 г смеси для сплавления. Тигель накрывают платиновой крышкой и сплавляют в печи при (1100±50) °С до 20 до 25 мин.

Сплав распределяют тонким слоем по стенкам тигля, после охлаждения помещают в стакан с 60 см^3 холодного раствора соляной кислоты (1:3). После растворения тигель обмывают водой, а раствор переносят в мерную колбу, доводят до метки водой, перемешивают; хранят в полиэтиленовом сосуде.

7.3. **Проведение анализа**

7.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г смешивают в платиновом тигле с 3—5 г смеси для сплавления, накрывают платиновой крышкой и сплавляют в печи при (1100±50) °С от 20 до 25 мин. После охлаждения тигель со сплавом помещают в стакан с 60 см^3 холодного раствора соляной кислоты (1:3). После растворения и

смывания тигля и крышки водой раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой, перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть раствора, равную 5 см³, приливают 50 см³ 0,125 моль/дм³ раствора серной кислоты и 10 см³ раствора молибденовокислого аммония. Через 5 мин добавляют 5 см³ восстановительного раствора, доводят до метки водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора синей окраски при длине волны от 800 до 820 нм (или используют красный светофильтр при измерениях на фотоколориметре), пользуясь соответствующими кюветами. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Массу двуокиси кремния в граммах находят по градуировочному графику, построенному в тех же условиях.

Если массовая доля двуокиси кремния меньше 0,5 %, следует увеличить аликвотную часть исходного раствора.

7.3.2. Для построения градуировочного графика в десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют из бюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ стандартного раствора двуокиси кремния и поступают дальше, как указано в п. 7.3.1. По измеренным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси кремния в граммах строят градуировочный график.

7.4. **Обработка результатов**

7.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

где m — масса двуокиси кремния, найденная по градуировочному графику, г;

250 — общий объем исходного раствора, см³;

V — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 1,0 включ.	0,03
Св. 1,0 до 2,0 »	0,06
» 2,0 » 5,0 »	0,10

8. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В ГЛИНАХ, КАОЛИНАХ, ШАМОТНЫХ, ГРАФИТОШАМОТНЫХ, ПОЛУКИСЛЫХ, А ТАКЖЕ ВЫСОКОГЛИНОЗЕМИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ОКИСИ АЛЮМИНИЯ ДО 95%

8.1. **Сущность метода**

Метод основан на сплавлении пробы с углекислым натрием или со смесью углекислого натрия и тетраборнокислого натрия в зависимости от массовой доли в ней окиси алюминия, разложении сплава соляной кислотой и гравиметрическом определении двуокиси кремния после удаления бора с этиловым спиртом и двукратного упаривания. Для получения чистой массы двуокиси кремния прокаленный осадок обрабатывают смесью серной и фтористоводородной кислот.

8.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Применяемая аппаратура — по п. 2.2.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый безводный: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 нагревают в платиновой чашке на электрической плитке при (400±20) °С.

Смесь для сплавления 1: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводный смешивают в соотношении 3:2.

Смесь для сплавления 2: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводный смешивают в соотношении 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 5:95.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Калий сернокислый кислый по ГОСТ 4223—75.

8.3. **Проведение анализа**

8.3.1. При анализе материала с массовой долей окиси алюминия до 45 % навеску пробы массой 1 г помещают в платиновый тигель и, если проба содержит органические вещества или свободный углерод, навеску прокаливают при (700±20) °С в окислительной среде. Затем пробу смешивают с 8 г безводного углекислого натрия, тигель накрывают платиновой крышкой и сплавляют, постепенно повышая температуру до (1050±50) °С до получения однородного жидкого расплава.

Тигель с крышкой охлаждают, переносят в фарфоровую чашку диаметром 15 см, накрывают чашку часовым стеклом и осторожно разлагают сплав 50 см^3 раствора соляной кислоты 1:1.

После полного разложения сплава обмывают горячей водой стекло, крышку и тигель над чашкой и выпаривают содержимое

чашки на водяной бане досуха. Остаток высушивают до полного удаления запаха хлористого водорода.

Чашку с сухим остатком помещают в сушильный шкаф и выдерживают при (110±5) °С в течение 1 ч.

Чашку охлаждают, приливают 30 см³ соляной кислоты, выдерживают 7 мин, приливают 100 см³ кипящей воды, перемешивают и фильтруют через фильтр средней плотности диаметром 9 см. Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (5:95), а затем горячей водой до полного исчезновения реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтрат с промывными водами переводят в ту же фарфоровую чашку и вторично выпаривают на водяной бане досуха. Чашку с сухим остатком помещают в сушильный шкаф и выдерживают при (110±5) °С в течение 1 ч.

После охлаждения сухой остаток смачивают 10 см³ соляной кислоты, выдерживают 7 мин, добавляют 30 см³ горячей воды и отфильтровывают осадок кремниевой кислоты на плотный фильтр диаметром 5 см. Прилипшие к стенкам чашки частицы осадка переносят на фильтр с помощью кусочка влажной фильтровальной бумаги. Осадок на фильтре промывают раствором соляной кислоты (5:95), а затем горячей водой до удаления ионов хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и сохраняют.

Оба фильтра с осадками помещают во взвешенный платиновый тигель, осторожно высушивают, озоляют и прокаливают при (1000±50) °С в течение 40 мин. После охлаждения в эксикаторе прокаленный осадок взвешивают. Прокаливание повторяют по 10 мин до получения постоянной массы.

Прокаленный осадок в тигле увлажняют 5 каплями серной кислоты, прибавляют 5 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля на песчаной бане до появления паров серной кислоты. Затем тигель охлаждают, снова прибавляют 5 см³ фтористоводородной кислоты и повторяют выпаривание. После охлаждения в тигель приливают по стенкам 3 см³ воды и выпаривают до исчезновения паров серной кислоты.

Тигель с остатком прокаливают в течение 15 мин при (1000±±50) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Остаток в тигле осторожно сплавляют в 1—2 г кислого сернокислого калия. Сплав после охлаждения растворяют в горячей воде, подкисленной соляной кислотой.

Полученный раствор присоединяют к фильтрату в мерной колбе вместимостью 500 см³.

Содержимое мерной колбы доводят водой до метки, тщательно перемешивают и сохраняют для определения других компонентов.

8.3.2. При анализе материала с массовой долей окиси алюминия от 45 до 95 % в платиновом тигле сплавляют навеску массой 0,5 г при (1100±50) °С с 6—8 г смеси для сплавления 1, если материал содержит до 70 % окиси алюминия, или с 6—8 г смеси для сплавления 2 в случае анализа материала с массовой долей окиси алюминия свыше 70 %.

Сплавление ведут в тигле, накрытом платиновой крышкой, температуру повышают постепенно до (1100±50) °С. Нагревают до полного разложения пробы.

Сплав охлаждают до температуры примерно 100 °С, тигель со сплавом помещают в фарфоровую чашку диаметром 15 см, накрывают чашку часовым стеклом и теплый еще сплав заливают 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Содержимое чашки нагревают до полного разложения сплава, затем снимают стекло.

Тигель и крышку ополаскивают над чашкой горячей водой, прибавляют 20 см³ этилового спирта и осторожно упаривают раствор на водяной бане до сироповидной консистенции. В чашку прибавляют 10 см³ соляной кислоты и 15 см³ этилового спирта, после чего раствор упаривают досуха, до полного исчезновения запаха хлористого водорода.

Дальнейшее определение проводят по п. 8.3.1.

8.4. **Обработка результатов**

8.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с прокаленным осадком двуокиси кремния до обработки кислотами, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки кислотами и прокаливания, г;

m — масса навески, г.

8.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 10,0 включ.	0,20
Св. 10,0 до 30,0 включ.	0,30
» 30,0 » 60,0 »	0,4
» 60,0	0,6

9. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ И ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле двуокиси кремния 80% и более)

9.1. Определение двуокиси кремния в кремнеземистых огнеупорных материалах и изделиях при массовой доле ее 80 % и более выполняют гравиметрическим методом по разд. 8.

9.2. Определение двуокиси кремния, оставшейся в растворе, проводят фотометрическим методом.

9.2.1. **Сущность метода**

Метод основан на реакции кремниевой кислоты в кислой среде до pH 2 с молибденовокислым аммонием с образованием желтого комплекса кремнемолибденовой кислоты, который при восстановлении переходит в кремнемолибденовую синь. Оптическую плотность измеряют при длине волны от 800 до 820 нм или при применении красного светофильтра.

9.2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации эквивалента 1 моль/дм^3: 88 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают. Раствор хранят в сосуде из пластмассы.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм^3: 28 см^3 азотной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х.ч., раствор 0,1 г/см^3: 10 г кристаллического молибденовокислого аммония растворяют в 50—60 см^3 воды при нагревании до 70 °С, охлаждают и добавляют аммиак до установления pH 7,5 по универсальной индикаторной бумаге, переводят в колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки и перемешивают. Раствор хранят в сосуде из пластмассы.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 100 г/дм^3.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77.

Натрий пиросернокислый по ГОСТ 10575—76.

Кислота 1-амино-2нафтол-4сульфоновая.

Восстановительный раствор: 0,15 г 1-амино-2нафтол-4сульфоновой кислоты, 0,7 г сернистокислого натрия и 9 г пиросернистокислого натрия растворяют в небольшом количестве воды (30 см^3) при интенсивном помешивании и слабом нагревании до 50 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, разбавляют водой до

100 см³, хранят в полиэтиленовом сосуде в холодильнике. Раствор устойчив в течение 3 сут.

Кремния двуокись, ос.ч.

Стандартный раствор двуокиси кремния: 0,1000 г двуокиси кремния, предварительно прокаленной при (1000±50) °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 2—3 г углекислого натрия. После охлаждения сплав растворяют в теплой воде. Прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде (раствор А). Стандартный раствор А с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,0001 г/см³.

Градуировочный стандартный раствор: 50 см³ стандартного раствора А отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см³ доливают водой до метки и перемешивают. Применяют раствор в день приготовления (раствор Б). Градуировочный стандартный раствор Б с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,000010 г/см³.

9.2.3. **Проведение анализа**

9.2.3.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть 25—50 см³ исходного раствора, полученного после отделения двуокиси кремния по разд. 8, добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты, разбавляют водой до 80 см³, добавляют 1 см³ раствора молибденовокислого аммония и выдерживают 15 мин при комнатной температуре. В раствор желтого цвета прибавляют 4 см³ раствора винной кислоты, 5 см³ раствора азотной кислоты, перемешивают и добавляют 1,0 см³ восстановительного раствора. Содержимое колбы доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора синей окраски при длине волны 800—820 нм (или используют красный светофильтр), пользуясь соответствующими кюветами.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Массу двуокиси кремния в граммах находят по градуировочному графику.

9.2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 1,0; 5,0; 9,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см³ градуировочного стандартного раствора Б двуокиси кремния.

Во все колбы доливают воды до 50 см³ и подкисляют 6 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³. Добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 9.2.3.1.

По измеренным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси кремния в граммах строят градуировочный график.

9.2.4. **Обработка результатов**

9.2.4.1. Массовую долю двуокиси кремния, оставшейся в растворе (X_7), в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \cdot 100,$$

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

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески, г.

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

9.2.4.2. Массовую долю двуокиси кремния в кремнеземистых материалах и изделиях (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = X_6 + X_7,$$

где X_6 — массовая доля двуокиси кремния, определенная гравиметрическим методом по разд. 8, %;

X_7 — массовая доля двуокиси кремния, определенная фотометрическим методом по п. 9.2, %.

9.2.4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в п. 8.4.2.

10. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле двуокиси кремния свыше 97%)

10.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы азотной и фтористоводородной кислотами. По разности масс навески пробы и остатка после разложения вычисляют массовую долю двуокиси кремния.

10.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Аппаратура — по разд. 5.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

10.3. **Проведение анализа**

Навеску пробы массой 1 г помещают в платиновый тигель, доведенный до постоянной массы и взвешенный. Пробу увлажняют 2 см^3 воды, добавляют 3 см^3 азотной кислоты и 15 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают на песчаной бане до образования влажных солей. После этого добавляют 5 см^3 азотной кислоты и выпаривают досуха, повторяя обработку и выпаривание три раза. Затем содержимое тигля прокаливают при (950±50) °С до постоянной массы. Тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Остаток в тигле медленно сплавляют с 2 г пиросульфата калия. После полного сплавления и охлаждения сплав растворяют в стакане в 20 см^3 соляной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор применяют в качестве исходного для определения других компонентов.

10.4. Обработка результатов

10.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 - X,$$

где m_1 — масса прокаленного остатка после обработки азотной и фтористоводородной кислотами, г;

X — потеря массы при прокаливании, % (определяют по ГОСТ 2642.2—86);

m — масса навески, г.

10.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,5 %.

Изменение № 1 ГОСТ 2642.3—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.10.89 № 3173
Дата введения 01.07.90

На обложке и первой странице под обозначением стандарта дополнить обозначением **(СТ СЭВ 6437—88).**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «гравиметрический метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий (при массовой доле двуокиси кремния свыше 2 %), фотометрический метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий (при массовой доле двуокиси кремния до 2 %) и атомно-абсорбционный метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий (при массовой доле двуокиси кремния свыше 0,2 %)»;

третий абзац дополнить обозначением СТ СЭВ 6437-88

Пункт 8.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87

Пункт 9.2.2. Заменить ссылку: ГОСТ 10575-75 на ТУ 6-09-4327-78

Стандарт дополнить разделами — 11—13:

«11. Гравиметрический метод определения двуокиси кремния в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле двуокиси кремния свыше 2 %)

11.1. Сущность метода

Метод основан на выделении двуокиси кремния в виде нерастворимого остатка путем двукратного выпаривания с соляной кислотой. Количество двуокиси кремния определяют по разности масс прокаленного остатка двуокиси кремния вместе с примесями и прокаленного остатка после его обработки фтористоводородной и серной кислотами.

11.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева (110±5) °С.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1200 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1, 5:95, 1:99.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой долей 1 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой долей 40 %.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при температуре (400±20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

11.3. Проведение анализа

Навеску пробы обожженного материала или изделия массой 1,0 г или сырья массой 2,0 г помещают в фарфоровую чашку, наливают 10 см³ воды и 25 см³ раствора соляной кислоты 1:1, чашку накрывают часовым стеклом и ставят на водяную баню до полного растворения пробы.

Стекло снимают, ополаскивают водой и содержащийся в чашке раствор выпаривают на водяной бане досуха. Чашку с сухим остатком помещают в

(Продолжение см. с. 230)

сушильный шкаф и выдерживают 0,5 ч при температуре (110±2) С Затем остаток растирают платиновым шпателем и в чашку приливают 30 см³ соляной кислоты, выдерживают 6 мин, приливают 100 см³ горячей воды, перемешивают и фильтруют через фильтр средней плотности Осадок на фильтре промывают сначала горячим раствором соляной кислоты 5:95 для удаления ионов железа, а затем водой до удаления ионов хлора (для проверки на отсутствие реакции с раствором азотнокислого серебра) Фильтрат с промывными водами переносят в ту же фарфоровую чашку и вторично выпаривают на водяной бане досуха Чашку с сухим остатком помещают в сушильный шкаф и выдерживают при (110±2) °С в течение 1 ч

После охлаждения сухой остаток смачивают 10 см³ соляной кислоты, выдерживают 7 мин, добавляют 100 см горячей воды и отфильтровывают осадок через фильтр средней плотности меньшего диаметра. Осадок на фильтре промывают раствором соляной кислоты 1:99, а затем горячей водой

Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и сохраняют. Мокрые фильтры с осадками помещают в платиновый тигель, осторожно высушивают, озоляют и прокаливают при (1100±20) °С в электрической печи от 30 до 40 мин

После охлаждения в эксикаторе тигель с прокаленным осадком взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы

Прокаленный осадок увлажняют несколькими каплями воды и обрабатывают 8—10 см³ раствора фтористоводородной кислоты в присутствии пяти капель раствора серной кислоты. Содержимое тигля осторожно выпаривают на песчаной бане досуха. Для полного удаления серной кислоты тигель прокаливают над пламенем горелки и затем еще 15 мин в электрической печи при (1100±20) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Разница масс соответствует содержанию двуокиси кремния.

Остаток в тигле сплавляют с пиросернокислым калием или со смесью для сплавления, растворяют в 25 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и добавляют к фильтрату в мерную колбу вместимостью 500 см³, затем доводят водой до метки. Этот раствор тщательно перемешивают и сохраняют для определения других компонентов.

11.4 Обработка результатов

11.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с прокаленным осадком двуокиси кремния до обработки кислотами, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой и прокаливания, г;

m — масса навески пробы, г.

11.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 2,0 до 5,0 включ.	0,10
Св. 5,0	0,20

(Продолжение см. с. 231)

12. Фотометрический метод определения двуокиси кремния в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле двуокиси кремния до 2 %)

12.1. Сущность метода

Кремниевая кислота в кислой среде при pH до 2 образует с молибденовокислым аммонием желтый комплекс кремнемолибденовой кислоты, который при восстановлении переходит в кремнемолибденовую синь. Оптическую плотность измеряют при длине волны от 800 до 820 нм или при использовании красного светофильтра.

12.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр и калориметр фотоэлектрический лабораторный.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1,0 моль/дм^3: 88,0 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 обезвоживают при температуре (400±20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор приблизительно 4,0 моль/дм^3: 28 см^3 азотной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой долей 10 %:

10 г кристаллического молибденовокислого аммония растворяют в 50—60 см^3 воды, нагревают до 70 °С, охлаждают и добавляют раствор аммиака до установления pH 7,5 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77 и раствор с массовой долей 10 %.

Кислота 1-амино-2-нафтол-4-сульфоновая.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77.

Натрий двусернистокислый.

Восстановительный раствор А: 0,15 г 1-амино-2-нафтол-4-сульфоновой кислоты, 0,7 г сернистокислого натрия и 9 г двусернистокислого натрия растворяют в небольшом количестве воды (30 см^3) при интенсивном перемешивании или слабом нагревании до температуры 50 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, разбавляют водой до 100 см^3 и хранят в пластмассовом сосуде в холодильнике. Раствор годен к применению до тех пор, пока обладает достаточным восстановительным действием.

Кислота аскорбиновая.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69.

Восстановительный раствор Б: 5 г лимонной кислоты или 15 г винной кислоты и 4 г аскорбиновой кислоты растворяют на холоду в 100 см^3 воды. Раствор пригоден в течение 4—5 сут.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73 чистотой не менее 99,99 %.

Стандартный раствор двуокиси кремния: 0,1000 г двуокиси кремния, прокаленной при температуре 1100 °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 2—3 г углекислого натрия. Сплав охлаждают и растворяют в воде, в которой также растворяют 20 г гидроокиси натрия. Прозрачный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

1 см^3 стандартного раствора двуокиси кремния содержит 0,100 мг двуокиси кремния.

Разбавленный стандартный раствор двуокиси кремния (градуировочный): отбирают пипеткой 10 см^3 стандартного раствора двуокиси кремния в мерную

(Продолжение см. с. 232)

колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор приготовляют непосредственно перед применением. 1 см³ разбавленного стандартного раствора двуокиси кремния содержит 0,010 мг двуокиси кремния

12.3. Проведение анализа

12.3.1. Навеску пробы обожженного материала массой 0,1 г или сырья массой 0,2 г помещают в платиновый тигель, добавляют 1 г смеси для сплавления. Тигель накрывают платиновой крышкой и прокаливают над горелкой или в электрической печи при температуре (1000±50) °С в течение 20—25 мин. Сплав охлаждают и растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты, переносят его в мерную колбу вместимостью 250 см³ Содержимое колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть 25—50 см³ исходного раствора, который содержит минимально 0,01 мг и максимально 0,2 мг двуокиси кремния.

Добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты, разбавляют водой до 80 см³, добавляют 1 см³ раствора молибденовокислого аммония и выдерживают при комнатной температуре 15 мин. Затем в раствор желтого цвета прибавляют 4,0 см³ раствора винной кислоты, через 5 мин 5,0 см³ раствора азотной кислоты, перемешивают и затем добавляют 1,0 см³ восстановительного раствора А. Содержимое колбы доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора синей окраски при длине волны 800—820 нм (красный светофильтр), пользуясь соответствующими кюветами

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы На основе измеренной оптической плотности находят количество двуокиси кремния по градуировочному графику, который строят в тех же условиях

Вместо 1 см³ восстановительного раствора А допускается также применение 5 см³ восстановительного раствора Б.

12.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи колб вместимостью по 100 см³ отмеряют из бюретки 1,0; 5,0; 9,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см³ разбавленного стандартного раствора двуокиси кремния.

Во все колбы добавляют воду до 50 см³ и подкисляют 6 см³ раствора соляной кислоты. Добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 12.3.1. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям двуокиси кремния строят градуировочный график.

12.4. Обработка результатов

12.4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V} \cdot 100,$$

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

V_1 — общий объем исходного раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

V — объем аликвотной части исходного раствора, см³.

12.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, приведенных в табл 6.

Таблица 6

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,50	0,03
Св. 0,50 до 1,00 включ.	0,06
» 1,00 » 2,00 »	0,08

(Продолжение см. с. 233)

13. Атомно-абсорбционный метод определения двуокиси кремния в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле двуокиси кремния свыше 0,2 %)

13.1 Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции раствора пробы в пламени закись азота-ацетилен при резонансной длине волны 251,6 нм

13.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кремния

Тигли платиновые и серебряные по ГОСТ 6563—75.

Тигли из тефлона.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:4.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 обезвоживают при температуре (400±20) °С.

Смесь для сплавления углекислый натрий и тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1.

Натрия перекись

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 и раствор с массовой долей 30 %

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Раствор А: в стакан вместимостью 400 см³ отвешивают 5,0 г окиси магния и растворяют при нагревании в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Затем в воде растворяют 5,0 г углекислого натрия и 9,5 г тетраборнокислого натрия Раствор подкисляют 150 см³ соляной кислоты 1:1 Углекислый газ удаляют кипячением. Растворы охлаждают, соединяют и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Раствор Б: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния и осторожно растворяют при нагревании в 220 см³ раствора соляной кислоты 1:4 Затем в 100 см³ воды растворяют 20 г перекиси натрия. После этого растворы соединяют и нагревают 5—10 мин до кипения Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Двуокись кремния по ГОСТ 9428—73 чистотой не менее 99,99 %

Стандартный раствор двуокиси кремния: 1,0000 г двуокиси кремния прокаленной при температуре 1100 °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 10 г углекислого натрия. Сплав охлаждают и растворяют в теплой воде, в которой растворяют 20 г гидроокиси натрия. Прозрачный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают 1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг двуокиси кремния Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Для приготовления раствора двуокиси кремния можно также использовать способ растворения при давлении в растворе гидроокиси натрия в тигле из тефлона при температуре (240±10) °С

13.3. Подготовка к анализу

13.3.1. Кислотное растворение пробы с последующим сплавлением нерастворившегося остатка со смесью для сплавления

Навеску пробы массой 1,0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Стенки и фильтр обмывают горячей водой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель и осторожно озоляют Остаток в тигле сплавляют с 1,0 г смеси для сплавления над горелкой. Сплав охлаждают и растворяют в 5 или максимально 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 без нагревания и переливают в мерную колбу. Содержимое колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают

(Продолжение см. с. 234)

13.3.2. *Разложение пробы спеканием с перекисью натрия*

Навеску пробы массой 2,5 г (1,0 г при массовой доле двуокиси кремния свыше 5,0 %) тщательно смешивают в серебряном или платиновом тигле с 5 г перекиси натрия. Тигель накрывают крышкой, переносят в муфельную печь и нагревают при температуре (490±10) °С в течение 5—7 мин.

После охлаждения содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 100 см³ воды для выщелачивания спеченной пробы. Остаток пробы на стенках тигля растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и добавляют в стакан с пробой. Тигель с крышкой ополаскивают водой, в стакан приливают 35 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и накрывают часовым стеклом. Содержимое стакана немного нагревают до растворения и удаления углекислого газа. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

13.3.3. Приготовленный по п. 13.3.1 или п. 13.3.2 раствор должен быть прозрачным. Если при определении большого количества двуокиси кремния (свыше 5 %) возникли затруднения, связанные с удержанием его в растворе, разложение пробы нужно повторить с меньшей навеской пробы (0,25 г).

Если раствор мутный вследствие других причин, следует часть раствора, используемого для определения, отфильтровать.

13.4 Проведение анализа

13.4.1. Раствор пробы, приготовленный по п. 13.3.1 или п. 13.3.2, распыляют в пламени закись азота-ацетилен, обогащенном ацетиленом, до получения большего размера «красной» зоны. Используют резонансную длину волны 251,6 нм. Остальные условия измерений — в соответствии с рекомендациями инструкции к прибору. Записывают значения сигнала из трех измерений. Одновременно с анализом пробы градуируют прибор по стандартным растворам и растворам стандартных образцов, приготовленным по п. 13.3.1 или п. 13.3.2.

При определении высоких концентраций двуокиси кремния растворы анализируемой пробы следует разбавить водой, но так, чтобы концентрация соли осталась на уровне неразбавленного раствора пробы. Для этого соответствующее количество раствора окиси магния вводят в мерную колбу перед доведением водой до метки.

13.4.2. Для градуировки прибора непосредственно в единицах концентрации или для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы в диапазоне концентрации от 10,0 до 400,0 мг/см³ двуокиси кремния.

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют из бюретки 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 35,0 и 40,0 см³ стандартного раствора двуокиси кремния.

Во все колбы добавляют по 50 см³ раствора оксида магния А или Б в зависимости от способа разложения пробы, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Измерение значений атомной абсорбции стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением атомной абсорбции раствора пробы и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов строят градуировочный график.

В процессе измерений атомной абсорбции неоднократно проверяют правильность результатов измерений по растворам стандартных образцов.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб и стандартных растворов измеряют атомную абсорбцию растворов контрольного опыта.

Наибольшая концентрация стандартного раствора имеет только информационное значение, так как приборы, имеющие корректор кривизны, позволяют измерять более высокие концентрации.

13.5 Обработка результатов

13.5.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{C \cdot V \cdot 10^{-4}}{m},$$

(Продолжение см. с. 235)

где C — массовая концентрация двуокиси кремния, найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отсчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см^3;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

13.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 5 и 6».

(ИУС № 1 1990 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2642.3—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 117

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения двуокиси кремния**

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of silicon dioxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: **(СТ СЭВ 2215—80, СТ СЭВ 2216—80, СТ СЭВ 2887—81, СТ СЭВ 4545—84, СТ СЭВ 6437—88).**

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-известковые, известковые, магнезиально-силикатные и устанавливает методы определения двуокиси кремния:

гравиметрические при массовой доле двуокиси кремния более 2 %;

фотометрические при массовых долях двуокиси кремния от 10 до 70 % (дифференциальный) и от 0,2 до 10 % (прямой), до 5 % для хромсодержащих и до 2 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых;

гравифотометрический при массовой доле двуокиси кремния свыше 80 % для кремнеземистых;

атомно-абсорбционный при массовой доле двуокиси кремния свыше 0,2 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых»;

третий абзац исключить.

(Продолжение см. с. 116)

Пункт 2.2. Наименование. Заменить значение: «От 2 до 99 %» на «от 2 % и более»;

восьмой абзац дополнить словами: «или натрий пиросерно-кислый»;

заменить слова: «раствор 0,04 г/см³» на «раствор с массовой долей 4 %», «раствор 0,01 г/см³» на «раствор с массовой долей 1 %», «раствор 1 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить слова: «массой 1 г» на «массой 0,5—1 г»;

третий абзац. Заменить значение: 40 на 60;

пятый, девятый абзацы. Заменить значение: 500 на 250—500.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	$d_к$	d_2	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,03	0,04	0,03	0,02
Св. 0,2 » 0,5 »	0,05	0,06	0,05	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,07	0,08	0,07	0,04
» 1,0 » 2 »	0,09	0,11	0,09	0,06
» 2 » 5 »	0,15	0,20	0,15	0,10
» 5 » 10 »	0,20	0,25	0,20	0,13
» 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,2
» 20 » 50 »	0,4	0,5	0,4	0,3
» 50	0,6	0,7	0,6	0,4

(Продолжение см. с. 117)

Пункт 3.2. Тринадцатый абзац. Заменить слова: «раствор 50 г/дм³ на «раствор с массовой долей 5 %»;

восемнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Градуировочный стандартный раствор: отбирают пипеткой 25 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 250 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают (раствор Б). Градуировочный стандартный раствор Б с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,00005 г/см³. Раствор применяют в день приготовления».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Исключить слова: «массой 0,2 г (при массовой доле двуокиси кремния от 10 до 40 %) или»; «(при массовой доле двуокиси кремния от 40 до 70 %)»; заменить значение: 5—15 на 5.

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице»

Пункт 4.2. Последний абзац. Заменить слова: «вычисляют по п. 3.2. Масса навески стандартного образца должна быть не менее 0,1 г» на «отбирают пипеткой 25 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 25 см³ соляной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают (раствор В). Раствор применяют в день приготовления»;

дополнить абзацем (после шестого): «Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией двуокиси кремния 0,00001 г/см³: отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 200 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают (раствор Д). Раствор применяют в день приготовления».

Пункт 4.3.1. Второй абзац после слов «толщиной слоя 20 мм» дополнить словами: «при массовой доле двуокиси кремния от 0,1 до 1 % и толщиной слоя 10 мм при массовой доле двуокиси кремния от 1 до 5 %»;

четвертый абзац исключить.

Пункт 4.3.2 изложить в новой редакции: «4.3.2. Построение градуировочного графика при массовой доле двуокиси кремния до 1 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора Д: 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,0001 г двуокиси кремния. В колбы приливают соответственно 9,0; 8,0; 6,0; 4,0; 2,0; 0 см³ воды по 50 см³ 0,125 моль/дм³ раствора серной кислоты, по 10 см³ раствора молибдата аммония и оставляют на 15—20 мин. Затем приливают по 5 см³ раствора восстановительной смеси, перемешивают, доводят до метки водой и снова перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре, как указано в п. 4.3.1, в кювете с толщиной слоя 20 мм».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3.3, 4.3.4: «4.3.3. Построение градуировочного графика при массовой доле двуокиси кремния свыше 1 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора В: 4,0; 7,0; 10,0; 13,0; 16,0 и 20,0 см³, что соответствует 0,00010; 0,000175; 0,000250; 0,000325; 0,000400 и 0,000500 г двуокиси кремния. В колбы прибавляют соответственно 16,0; 13,0; 10,0; 7,0; 4,0; 0 см³ воды, а далее поступают как описано в п. 4.3.2.

Оптическую плотность растворов измеряют в кювете с толщиной слоя 10 мм.

4.3.4. По найденным средним значениям оптической плотности из трех серий измерений и соответствующим им массам двуокиси кремния в граммах строят градуировочные графики».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице».

(Продолжение см. с. 118)

Раздел 5. Наименование изложить в новой редакции: **«5. Ускоренный метод определения двуокиси кремния в кремнеземистых огнеупорах (при массовой доле двуокиси кремния свыше 90 %)».**

Пункт 5.2. Последний абзац дополнить словами: «или натрий пиросерно-кислый».

Пункт 5.3. Третий абзац после слов «пиросерно-кислым калием» дополнить словами: «или пиросерно-кислым натрием».

Пункт 5.4.1. Заменить слова: «потери массы» на «изменение массы».

Пункты 5.4.2, 6.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2 (6.4.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице».

Пункт 7.2. Восьмой абзац. Заменить слова: «раствор 50 г/дм^3» на «раствор с массовой долей 5 %».

Пункты 7.4.2, 8.4.2 изложить в новой редакции: «7.4.2 (8.4.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице».

Пункт 8.2. Девятый абзац. Заменить слова: «раствор 10 г/дм^3» на «раствор с массовой долей 1 %».

Раздел 9. Наименование. Заменить слова: **«гравиметрический и фотометрический»** на **«гравифотометрический».**

Пункт 9.2.2. Шестой абзац. Заменить слова: «раствор 0,1 г/см^3» на «раствор с массовой долей 10 %»;

седьмой абзац. Заменить слова: «раствор 100 г/дм^3» на «раствор с массовой долей 10 %».

Пункты 9.2.4.3, 10.4.2 изложить в новой редакции: «9.2.4.3 (10.4.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице».

Разделы 11, 12, 13. Наименование. Заменить слово: **«магнезиальных»** на **«высокомагнезиальных».**

Пункты 11.4.2, 12.4.2, 13.5.2 изложить в новой редакции: «11.4.2 (12.4.2, 13.5.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси кремния приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru