Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения двуокиси кремния

ГОСТ 24523.1—80

Electrotechnical periclase. Method for the determination of silicon dioxide

МКС 81.080

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает фотометрический метод определения массовых долей двуокиси кремния в диапазоне от 0,2 до 3,0 %.

Сущность метода заключается в образовании желтого комплексного соединения кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановлении его аскорбиновой кислотой в синее комплексное соединение и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 810 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 24523.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа используют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000—1100 °С;

тигли платиновые № 100—7 или 100—8 по ГОСТ 6563;

крышки платиновые № 101—7 или 101—8 по ГОСТ 6563;

шпатели платиновые № 9 по ГОСТ 6563 или проволоку платиновую диаметром 0,5 мм;

ступки и пестики фарфоровые № 5 или 7 по ГОСТ 9147;

плитку электрическую с закрытой спиралью;

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

натрий тетраборнокислый, 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при 400 °С;

смесь для сплавления, приготовленную из углекислого и тетраборнокислого натрия в соотношении 2:1 (по массе);

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:3;

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор 0,125 моль/дм^3;

кислоту уксусную по ГОСТ 61, разбавленную 1:1;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, 5 %-ный раствор; готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония растворяют при нагревании в 500—600 см^3 воды, не доводя до кипения. Раствор фильтруют через плотный фильтр, приливают 100 см^3 уксусной кислоты, разбавляют водой до 1000 см^3. Раствор пригоден в течение недели;

кислоту винную по ГОСТ 5817;

кислоту аскорбиновую;

смесь восстановительную; готовят следующим образом: 15,0 г винной кислоты и 1,0 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см^3 воды. Раствор пригоден в течение 4—5 сут;

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

кремния двуокись по ГОСТ 9428;

растворы двуокиси кремния стандартные;

раствор А; готовят следующим образом: 0,1000 г двуокиси кремния, прокаленной при 1000—1100 °С до постоянной массы, помещают в платиновый тигель, перемешивают с 2—3 г углекислого натрия, закрывают тигель крышкой, помещают в муфельную печь с температурой 950—1000 °С и выдерживают в течение 3—4 мин. Охлажденный тигель со сплавом помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$ и приливают 150—200 $см^3$ холодной воды. После полного растворения сплава тигель и крышку ополаскивают водой и удаляют, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Хранят в полиэтиленовом сосуде. 1 $см^3$ раствора содержит 0,0002 г двуокиси кремния;

раствор Б; готовят следующим образом: 50 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,00002 г двуокиси кремния;

раствор В; готовят следующим образом: 50 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,00004 г двуокиси кремния.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Подготовка анализируемого раствора

Навеску массой 0,5 г перемешивают в платиновом тигле с 5,0 г смеси для сплавления, закрывают тигель крышкой и сплавляют в муфельной печи при 950—1000 °С в течение 10—20 мин. Остывший сплав выщелачивают 60 $см^3$ соляной кислоты в стакане вместимостью 250 $см^3$. Тигель и крышку ополаскивают водой и удаляют. Полученный раствор немедленно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Предполагаемая массовая доля двуокиси кремния, %	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,2 до 2,0	10
Св. 2,0 » 3,0	5

3.2. От анализируемого раствора отбирают аликвотную часть в объеме, указанном в табл. 1.

3.3. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 50 $см^3$ раствора серной кислоты, 10 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают 15—20 мин. Затем приливают 5 $см^3$ восстановительной смеси, перемешивают, доводят водой до метки, снова перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 30 мин на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре, применяя красный светофильтр со светопропусканием 600—800 нм. В зависимости от интенсивности окраски анализируемого раствора применяют кювету с толщиной колориметрируемого слоя 10 или 30 мм.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

3.4. Построение градуировочного графика при массовой доле двуокиси кремния до 0,8 %

В мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ каждая отбирают микробюреткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 9,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010; 0,00012; 0,00014 и 0,00018 г двуокиси кремния. В каждую колбу приливают по 50 $см^3$ серной кислоты, 10 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают 15—20 мин. Затем приливают 5 $см^3$ восстановительной смеси, перемешивают, доводят водой до метки, снова перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре, применяя красный светофильтр со светопропусканием 600—800 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.5. Построение градуировочного графика при массовой доле двуокиси кремния свыше 0,8 %

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 каждая отбирают микробюреткой 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10 см^3 раствора В, что соответствует 0,00004; 0,00008; 0,00016; 0,00024; 0,00032 и 0,00040 г двуокиси кремния и далее проводят анализ, как указано в п. 3.4, измеряя оптическую плотность растворов в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм.

3.6. По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным массам двуокиси кремния строят градуировочные графики.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

4.2. Нормы контроля точности определения массовой доли двуокиси кремния приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		d_2	$d_к$	δ
От 0,2 до 0,5 включ.	0,05	0,05	0,06	0,03
Св. 0,5 » 1,0 »	0,07	0,07	0,08	0,04
» 1,0 » 2,0 »	0,09	0,10	0,12	0,06
» 2,0 » 3,0 »	0,15	0,15	0,19	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Турчанинов; канд. техн. наук **А.И. Узберг; Г.Г. Лопачак; А.С. Бородачев; Н.А. Бобылева;** канд. техн. наук **И.М. Лоскутова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.80 № 6281

Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2504

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

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1
ГОСТ 83—79	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3765—78	2.1
ГОСТ 4199—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 5817—77	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 9428—73	2.1
ГОСТ 24523.0—80	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1987 г., сентябре 1997 г. (ИУС 1—88, 12—97)

gost.e-ecolog.ru