Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Методы определения диоксида кремния

ГОСТ 20300.2—90

Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of silicon dioxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и фотоколориметрический методы определения диоксида кремния (при массовой доле диоксида кремния не более 16 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на разложении пробы спеканием с безводным углекислым натрием и обезвоживании кремниевой кислоты в сернокислой среде.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Крышка платиновая № 101—8 по ГОСТ 6563.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (1200 ± 50) °С.

Электроплитка бытовая с закрытой спиралью.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) марки ос. ч. по нормативно-технической документации.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 5:95.

2.3. Проведение анализа

Навеску огнеупора массой 0,2000 г помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, перемешивают с 0,7 г безводного углекислого натрия и спекают в муфельной печи при температуре (1100 ± 50) °С.

Выдерживают тигель с расплавом при этой температуре 1,5—2 ч. Охлажденный спек переносят в фарфоровую чашку и обрабатывают 15—20 $см^3$ горячей воды. Платиновый тигель и крышку обрабатывают 3—5 $см^3$ соляной кислоты, добавляя ее осторожно к содержимому чашки, покрытой часовым стеклом. Затем к содержимому чашки приливают 5 $см^3$ серной кислоты и выпаривают раствор на водяной бане до сиропообразного состояния. Чашку закрывают часовым стеклом, ставят на электроплитку и нагревают до начала выделения паров серной кислоты. В слегка охлажденный раствор осторожно, по каплям, через носик чашки приливают 15—20 $см^3$ холодной воды, нагревают раствор до кипения, затем, обмывая часовое стекло и края чашки, доводят объем в чашке до 50—70 $см^3$. Перемешивают содержимое чашки стеклянной палочкой, дают отстояться основной массе осадка и фильтруют раствор через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Промывают осадок в чашке декантацией 1—2 раза теплым раствором соляной кислоты, разбавленной 5:95, а затем переносят количественно осадок на фильтр и промывают этим же раствором 6—8 раз. Фильтр с осадком переносят в платиновый тигель и прокаливают в муфельной печи при температуре (1100 ± 50) °С до постоянной массы. Осадок с тиглем взвешивают. Затем осадок в тигле увлажняют несколькими каплями воды, приливают 1—2 капли серной кислоты и 5—7 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Содержание тигля выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты.

Осадок в тигле прокаливают в муфельной печи при температуре (1100 ± 50) °С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают, а затем сплавляют с 1—2 г пиросульфата калия при температуре 700—800 °С. Сплав после охлаждения растворяют в горячей воде, подкисленной серной кислотой. Полученный раствор присоединяют к фильтрату в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$. Фильтрат в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ доводят водой до метки и используют для определения диоксида циркония, оксида титана и оксида железа.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса прокаленного тигля с осадком диоксида кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

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

m — масса пробы, г.

2.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,20 %. Оценка границ случайной составляющей погрешности результата анализа составляет ± 0,3 %.

Метод применяют при разногласиях в оценке качества.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на разложении пробы сплавлением со смесью карбоната и тетрабората натрия, растворении сплава в растворе серной кислоты и определении диоксида кремния фотоколориметрически по синей окраске восстановленного кремнемолибденового комплекса.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Крышка платиновая № 101—8 по ГОСТ 6563.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (1200 ± 50) °С.

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 по НТД.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и 0,5 М раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 5 %.

Диоксид кремния по ГОСТ 25543.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 5 %.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с массовой долей 4 %.

Бумага конго красная.

3.3. Подготовка к анализу

Смесь восстановителей приготавливают, смешивая равные объемы раствора соли Мора и раствора аскорбиновой кислоты. Смесь хранят в темном месте не более 7—10 сут.

Приготовление стандартного раствора, содержащего в 1 $см^3$ раствора 0,25 мг диоксида кремния: навеску 0,0625 г тонко растертого диоксида кремния сплавляют в платиновом тигле с восьмикратным количеством безводного углекислого натрия. Расплав выщелачивают водой, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. После перемешивания раствор переносят в полиэтиленовую посуду.

3.4. Проведение анализа

Навеску тонкорастертого огнеупора массой 0,1—0,15 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 1 г безводного карбоната натрия и 1 г тетрабората натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000—1100 °С в течение 20—25 мин. Остывший сплав выщелачивают в стакан вместимостью 300—400 $см^3$ раствором серной кислоты при нагревании на плитке. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждают и доводят раствором серной кислоты до метки.

Аликвотную часть раствора 10 $см^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 25—30 $см^3$ воды, опускают в нее бумагу конго и прибавляют по каплям 0,5 М раствор гидроксида натрия до покраснения бумаги конго, сразу же приливают 5 $см^3$ 0,5 М раствора соляной кислоты и перемешивают. Затем в колбу приливают 4 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония. Через 10 мин добавляют 20 $см^3$ соляной кислоты 1:1 и 2 $см^3$ раствора смеси восстановителей (аскорбиновой кислоты и соли Мора), тщательно перемешивают и доводят объем раствора водой до метки. Раствор контрольного опыта, не содержащий диоксид кремния, готовят одновременно с испытуемым. Растворы выдерживают 20 мин.

Величину оптической плотности анализируемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к раствору сравнения, пользуясь красным светофильтром ($\lambda = 670$ нм), в кюветах с толщиной слоя 5 мм. Массовую долю диоксида кремния определяют по градуировочному графику.

3.4.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отмеряют бюреткой стандартный раствор с содержанием 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,25 мг.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий диоксид кремния. В каждый раствор прибавляют 10 $см^3$ воды, 5 $см^3$ 0,5 М раствора соляной кислоты, 4 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, через 10 мин добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1 и 2 $см^3$ раствора смеси восстановителей. Доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают. Растворы выдерживают 20 мин. Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 3.4. По полученным данным строят градуировочный график.

3.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — количество диоксида кремния, найденное по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, $см^3$;

m — масса навески огнеупора, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для фотоколориметрирования, $см^3$.

Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,50 %. Оценка границ случайной составляющей погрешности результата анализа составляет ± 0,3 %.

Допускается определять массовую долю диоксида кремния дифференциально-фотометрическим методом по ГОСТ 26318.2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственной ассоциацией промышленности строительных материалов**

РАЗРАБОТЧИКИ

Е.В. Соболев, канд. техн. наук; **В.Е. Голубев,** канд. техн. наук; **Р.П. Борисова; Е.А. Диденко**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 434**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 20300.2—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 83—79	2.2; 3.2	ГОСТ 4208—72	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2	ГОСТ 6563—75	2.2; 3.2
ГОСТ 3765—78	3.2	ГОСТ 20300.1—90	1
ГОСТ 4199—76	3.2	ГОСТ 25543—88	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2	ГОСТ 26318.2—84	3.5

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru