УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Метод определения оксида кремния

Graphite. Method for determination of silicon oxide

ГОСТ 17818.9—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает фотометрический метод определения оксида кремния.

Сущность метода заключается в образовании желтого кремнемолибденового комплексного соединения с последующим восстановлением его до синего и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электропечь сопротивления камерная, обеспечивающая нагрев до 1000 °С.

Лодочки или тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Тигли или чашки платиновые по ГОСТ 6563.

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 3.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Кислота аскорбиновая.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор концентрации 50 г/дм^3.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, высушенный при 150—170 °С.

gost.e-ecolog.ru

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при 360—380 °С.

Калий углекислый-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Смесь для сплавления: натрий углекислый и тетраборнокислый безводные тщательно растирают в соотношении 2 : 1 или калий-натрий углекислый и натрий тетраборнокислый безводные в соотношении 4 : 1.

Стандартный образец пегматита № 706—75.

Стандартный раствор оксида кремния с массовой концентрацией 0,05 мг/см^3: 0,0353 г стандартного образца пегматита сплавляют в платиновом тигле с 2—3 г смеси для плавления в течение 15—20 мин в электрической печи при (950±50) °С. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 200—250 см^3, приливают 60—70 см^3 воды, 50 см^3 разбавленной 1 : 3 соляной кислоты и растворяют при нагревании без кипячения при помешивании. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Для приготовления стандартного раствора оксида кремния допускается использовать другие стандартные образцы состава.

Массу навески стандартного образца состава (m) в граммах для стандартного раствора с массовой концентрацией оксида кремния 0,05 мг/см^3 вычисляют по формуле

$$m = \frac{0{,}05 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot C},$$

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

Смесь восстановительная: 15 г винной кислоты и 1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см^3 воды. Срок хранения раствора 3—5 сут.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

3.1.1. Для построения градуировочного графика при определении оксида кремния при массовой доле от 1 до 7% в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отмеривают бюреткой 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12 и 15 см^3 стандартного раствора оксида кремния, что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 и 0,75 мг оксида кремния.

Приливают раствор контрольного опыта до объема 15 см^3, приготовленного одновременно со стандартным раствором, по 50 см^3 воды, по 5 см^3 раствора аммония молибденовокислого и оставляют на 8—10 мин. Затем приливают по 5 см^3 восстановительной смеси, доливают водой до метки и перемешивают. Через 30 мин

измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 600—700 нм, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 5 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

3.1.2. Для построения градуировочного графика для определения оксида кремния при массовой доле до 1% в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеривают бюреткой 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора оксида кремния, что соответствует 0; 0,025; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг оксида кремния.

Далее определение проводят по п. 3.1.1, используя кюветы с толщиной калориметрируемого слоя 20 мм.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску графита массой 0,5—1 г (в зависимости от зольности графита) помещают в фарфоровый тигель (лодочку), прокаливают в электрической печи при (900±100) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют по 15 мин до достижения постоянной массы. Затем зольный остаток количественно переносят в платиновый тигель (чашку), смешивают с 2—3 г смеси для сплавления и сплавляют в течение 15—20 мин в электрической печи при (950±50) °С.

После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 60—70 см³ воды, 50 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и растворяют при нагревании без кипячения при помешивании. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть 10—15 см³ раствора, приливают раствор контрольного опыта до объема 15 см³, 50 см³ воды, 5 см³ раствора аммония молибденовокислого и далее определение проводят по п. 3.1.1, используя кюветы 5 или 20 мм в зависимости от массовой доли оксида кремния.

По величине оптической плотности по градуировочному графику определяют массу оксида кремния в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксида кремния (X_{SiO_2}) вычисляют по формуле

$$X_{SiO_2}=\frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида кремния, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля оксида кремния, %	Допускаемое расхождение, %
До 1,0 включ.	0,05
Св. 1,0 » 2,0 »	0,10
» 2,0 » 5,0 »	0,15
» 5,0	0,2

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **С. Н. Шевцова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17818.9—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4199—76	2
ГОСТ 4332—76	2
ГОСТ 5817—77	2
ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 17818.0—90	1; 3.1.1

gost.e-ecolog.ru