МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ И ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344-15:546.284-31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Фотометрический и гравиметрический методы определения диоксида кремния

ГОСТ 14047.10—78

Lead concentrates. Determination of silicon dioxide. Photometric and gravimetric methods

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический и гравиметрический методы определения массовой доли диоксида кремния от 0,2 до 20 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27329.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ от 0,2 до 5 %)

Метод основан на образовании молибденовой сини при восстановлении кремнемолибденовой гетерополикислоты хлористым оловом и измерении оптической плотности окрашенного комплекса.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

электропечь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 900 °С;

тигли железные штампованные или точеные, содержащие кремния меньше 0,005 %;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:4;

кислоту серную по ГОСТ 4204, растворы с ($\frac{1}{2}$ H_2SO_4) = 0,5 и 8 моль/дм^3;

кислоту аскорбиновую (витамин С), раствор 50 г/дм^3 свежеприготовленный;

кремния диоксид по ГОСТ 9428, прокаленный при 1000 °С;

натрия гидроокись (натр едкий) по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм^3;

олово двухлористое по ТУ 6-09-5393, раствор 5 г/дм^3: 0,5 г двухлористого олова растворяют в 20 см^3 соляной кислоты и разбавляют до 100 см^3 водой;

натрия перекись;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм^3;

стандартные растворы диоксида кремния:

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

раствор А. 0,1250 г диоксида кремния растворяют при нагревании в 10 см^3 раствора едкого натра, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и разбавляют до метки раствором едкого натра.

1 см^3 раствора А содержит 5 мг диоксида кремния;

раствор Б. Отбирают 1 см^3 раствора А и помещают в железный тигель, высушивают, прибавляют 2 г перекиси натрия и сплавляют при 700—800 °С. Тигель сначала ставят на край муфельной печи для удаления влаги из реактивов, затем переносят в горячую зону печи. После полного расплавления содержимое тигля осторожно охлаждают, погружая тигель на $^3/_4$ в холодную воду. В тигель с затвердевшим, но не вполне остывшим плавом, приливают небольшими порциями воду. Разложение плава протекает бурно, с обильным выделением паров, поэтому тигель накрывают часовым стеклом. Выщелачивают плав 20—30 см^3 воды. Содержимое тигля смывают водой через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см^3 . Быстро приливают 20 см^3 соляной кислоты и хорошо перемешивают. Раствор разбавляют до метки водой, перемешивают и дают окалине осесть на дно колбы.

1 см^3 раствора Б содержит 0,02 мг диоксида кремния. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде с пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,5000 г при массовой доле диоксида кремния от 0,2 до 1 % или 0,1000 г при массовой доле диоксида кремния от 1 до 5 % перемешивают стеклянной палочкой в железном тигле с 2 г перекиси натрия и сплавляют в муфельной печи при 700—800 °С по п. 2.1. Содержимое тигля выщелачивают холодной водой и собирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3. В раствор с осадком, находящимся в мерной колбе, быстро приливают 20 см^3 соляной кислоты и перемешивают. Раствор, который при этом становится прозрачным (окалина садится на дно), охлаждают, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Отбирают 5 см^3 прозрачного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 12 см^3 воды, 7 см^3 раствора серной кислоты 0,5 моль/дм^3 и 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Через 5 мин добавляют 13 см^3 раствора серной кислоты 8 моль/дм^3 и около 50 см^3 воды. После перемешивания к раствору прибавляют 8 см^3 раствора двухлористого олова или 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Раствор разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре в области длин волн 650—700 нм в кюветах оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора. Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта. Величину оптической плотности контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отбирают пипеткой 0; 1; 2; 4 и 6 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,08 и 0,12 мг диоксида кремния. Прибавляют 12 см^3 воды, 7 см^3 0,5 н. раствора серной кислоты и 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Оставляют раствор на 5 мин для образования кремнемолибденовой кислоты желтого цвета. Затем добавляют по 13 см^3 8 н. раствора серной кислоты и около 50 см^3 воды. После перемешивания к раствору прибавляют раствор двухлористого олова до полного восстановления трехвалентного железа и еще 2—3 см^3 в избыток или 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты.

Количество двухлористого олова, необходимое для восстановления трехвалентного железа в растворах, определяют следующим образом. К 25 см^3 раствора Б приливают 5 см^3 соляной кислоты, нагревают до кипения и приливают из бюретки раствор двухлористого олова до обесцвечивания.

Объем двухлористого олова, необходимый для восстановления трехвалентного железа в растворах (V), вычисляют по формуле

$$V = \frac{V_1 \cdot V_2}{25},$$

где V_1 — объем растворов Б, отбираемых для построения градуировочного графика, см^3;

V_2 — объем раствора двухлористого олова, израсходованный на восстановление железа в 25 см^3 раствора Б, см^3.

Восстановленный раствор разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям диоксида кремния строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{5m \cdot 1000},$$

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

m — масса навески концентрата, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

Таблица 1

%

Массовая доля диоксида кремния	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0,2 до 2	0,1	0,15
Св. 2 » 5	0,3	0,4

2.2.2, 2.3.1, 2.3.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ от 5 до 20 %)

Метод основан на осаждении кремниевой кислоты из солянокислого раствора в присутствии желатина и определении диоксида кремния по разнице в массе до и после обработки осадка плавиковой кислоты.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 1200 °С;

термометр термоэлектрический платинородий-платиновый;

тигли платиновые лабораторные по ГОСТ 6563;

тигли фарфоровые низкие лабораторные по ГОСТ 9147;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053, 3 %-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 1 %-ный раствор;

желатин пищевой по ГОСТ 11293, свежеприготовленный раствор 10 г/дм^3 готовят следующим образом: к 5 г желатина приливают 500 см^3 теплой воды, нагревают до кипения и кипятят до растворения навески.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,5000—1,0000 г (в зависимости от содержания диоксида кремния) помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, смачивают водой, приливают 20 см^3 соляной кислоты и слабо нагревают в течение 10—15 мин. После прекращения выделения сероводорода приливают 10 см^3 азотной кислоты и продолжают нагревание до исчезновения темных частиц. Раствор упаривают на умеренно нагретой плите досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см^3 соляной кислоты, слегка подогревают, приливают 80 см^3 горячей воды, кипятят в течение нескольких минут и горячим фильтруют через фильтр средней плотности. Нерастворимый остаток промывают горячей водой, подкисленной соляной кислотой, до отрицательной реакции промывных вод на ионы свинца (проба с раствором сернистого натрия), затем 2—3 раза водой. Фильтрат упаривают

на слабо нагретой плите или водяной бане до объема 50—60 см^3. Фильтр с нерастворимым остатком переносят в платиновый тигель, осторожно озоляют фильтр и слегка прокаливают остаток; прибавляют 5—6 г безводного углекислого натрия и сплавляют при 1000 °С в течение 30—40 мин (10 мин после расплавления). Тигель с расплавом охлаждают и помещают в соответствующий стакан с фильтратом после отделения нерастворимого остатка. Небольшими порциями, при перемешивании, прибавляют соляную кислоту, разбавленную 1:1, до полного выщелачивания плава и дают еще 5—6 см^3 в избыток. Тигель вынимают, тщательно обмывают горячей водой, слегка подкисленной соляной кислотой. Раствор выпаривают на слабо нагретой плите или водяной бане досуха. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и вновь упаривают досуха. К остатку прибавляют 30 см^3 соляной кислоты и оставляют на 25—30 мин. Стакан с раствором нагревают до 70 °С, приливают 10 см^3 раствора желатина, перемешивают и дают постоять при 70 °С в течение 30 мин. Затем добавляют 80—100 см^3 горячей воды и нагревают до кипения. Кристаллического осадка хлоридов при этом не должно быть, в противном случае приливают еще горячей воды. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза горячей водой, подкисленной соляной кислотой, затем горячей водой до отрицательной реакции промывных вод на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром). Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, осторожно озоляют, а затем прокаливают остаток в течение 1 ч в муфельной печи при 1000—1100 °С.

Тигель с остатком охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Далее содержимое тигля смачивают 5—6 каплями разбавленной 1:1 серной кислоты, приливают 10 см^3 плавиковой кислоты, осторожно выпаривают до прекращения выделения паров серного ангидрида и затем остаток прокаливают в течение 1 ч в муфельной печи при 1000—1100°С.

Тигель с остатком охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса тигля с осадком до обработки плавиковой кислотой, г;

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

m — масса навески концентрата, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

%

Массовая доля диоксида кремния	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 5 до 10	0,3	0,4
Св. 10 » 20	0,4	0,5

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.Г. Саюн, Л.И. Максай, К.Ф. Гладышева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14047.10—71**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	3.1.1	ГОСТ 6563—75	3.1.1
ГОСТ 1277—75	3.1.1	ГОСТ 9147—80	3.1.1
ГОСТ 2053—77	3.1.1	ГОСТ 9428—73	2.1.1
ГОСТ 3118—77	2.1.1, 3.1.1	ГОСТ 10484—78	3.1.1
ГОСТ 3765—78	2.1.1	ГОСТ 11293—89	3.1.1
ГОСТ 4204—77	2.1.1, 3.1.1	ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 4328—77	2.1.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 4461—77	3.1.1	ТУ 6-09-5393—88	2.1.1

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 11—84, 10—89)

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.04.99. Подписано в печать 20.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.
Тираж 125 экз. С2653. Зак. 900.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru