23581.15-81-
— 23581.22-81

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 23581.15-81 — ГОСТ 23581.22-81 (СТ СЭВ 1200-78 — СТ СЭВ 1202-78; СТ СЭВ 1225-78 — СТ СЭВ 1228-78)

Издание официальное

Цена 35 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. В. Камаева (руководитель темы), Н. А. Зобнина, Е. А. Стриха

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии А. А. Кугушин

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1187—1194

УДК 622.341.1:546.28-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения двуокиси кремния

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods for the determination of silicon dioxide

ГОСТ 23581.15—81 (СТ СЭВ 1225—78)

Взамен ГОСТ 12743—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1187 срок действия установлен

с 01.01.1982 г.
до 01.07.1987 г. 97

Несоблюдение стандарта преследуется по закону ИУС 2-87г

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает гравиметрические методы определения двуокиси кремния при массовой доле от 1 до 45% и фотометрический метод при массовой доле от 0,2 до 20%.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1225—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СОЛЯНОКИСЛОТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на выделении кремниевой кислоты в присутствии желатина из солянокислого раствора при температуре не выше 60°С.

Разложение проводят растворением железной руды, концентрата, агломерата или окатыша в соляной кислоте с доплавлением нерастворимого остатка с углекислым натрием или спеканием со смесью углекислого натрия, щавелевой кислоты и азотнокислого калия.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

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

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—77, прокаленный при температуре 700—800°С для заполнения эксикатора;

магния окись по ГОСТ 4526—75;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

калий хлорноватокислый;

смесь для сплавления: 25 г углекислого натрия смешивают с 1 г хлорноватокислого калия; смесь хранят в банке с плотно закрытой пробкой;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

смесь для спекания А: 10 г тонкоизмельченного углекислого натрия смешивают с 4 г щавелевой кислоты и 1 г азотнокислого калия;

смесь для спекания Б: смешивают тонкоизмельченный углекислый натрий с высушенной при 110°С мукой 1-го сорта и окисью магния в отношении 3:2:0,05. Смесь Б можно применять, если фильтрат после отделения двуокиси кремния не используют для других определений;

ртуть хлорную (сулему);

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:2 и 1:50;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 для заполнения эксикатора и разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 10 г/дм³: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30—40 см³ воды и выдерживают в течение 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая стеклянной палочкой. Затем стакан с содержимым помещают в воду, нагретую до 60—70°С, и при перемешивании нагревают до растворения желатина, после чего доливают водой до объема 100 см³ и вновь перемешивают. Раствор желатина без консервирующих средств пригоден в течение 1—2 сут, пригодность желатина устанавливают по образованию при взбалтывании устойчивой пены. Чтобы сохранить раствор желатина в течение 1—2 мес, прибавляют 0,1 г хлорной ртути на каждые 100 см³ раствора;

перекись водорода по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску железной руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1 г при массовой доле двуокиси кремния до 5% и 0,5 г при массовой доле — более 5% помещают в стакан

вместимостью 200—300 см³, приливают 10—20 см³ соляной кислоты и, периодически перемешивая, растворяют при слабом кипении до полного растворения навески. После окончания разложения раствор разбавляют горячей водой до 20—30 см³ и отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, собирая фильтрат в стакан вместимостью 300—400 см³. Осадок на фильтре и стакан промывают 4—6 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50, затем 3—4 раза горячей водой. Фильтрат выпаривают до малого объема.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 700—750°С, после чего охлаждают, смешивают остаток с 3 г углекислого натрия или 2,5 г смеси для сплавления и сплавляют при 950—1000°С до получения однородного плава.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 30—40 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:2, и нагревают до растворения плава. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой. Полученный раствор присоединяют к фильтрату (основной раствор).

Руды, содержащие нерастворимые сульфиды и органические примеси, перед растворением в соляной кислоте предварительно прокаливают в фарфоровом тигле при 550—700°С.

2.2.2. При разложении руды, концентрата, агломерата или окатыша спеканием навеску массой 0,5 г и 1,5 г смеси для спекания помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью и перемешивают до получения однородной по цвету массы. Полученную смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, очищая тигель от остатков при помощи 0,2—0,3 г смеси для спекания. Ампулообразный кулечек помещают на двойную прокладку из беззольной увлажненной фильтровальной бумаги в платиновый тигель. Тигель с содержимым помещают в муфельную печь на дно опрокинутого фарфорового тигля (для предупреждения перегрева и приплавления нижней части спека) и выдерживают при 750—800°С в течение 15—20 мин. При спекании легкоплавких материалов не следует поднимать температуру печи выше 780°С.

В случае, если в фильтрате после выделения кремниевой кислоты не нужно определять окись магния, допускается проводить спекание в фарфоровом или кварцевом тигле. Для этого навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г смешивают с 1,5 г одной из смеси для спекания (А или Б), как указано выше. Ампулообразный кулечек помещают в фарфоровый или кварцевый тигель, заполненный на $^3/_4$ объема окисью магния. Тигель с содержимым помещают в муфельную печь и выдерживают при 750—800°С в течение 15—20 мин.

После охлаждения спек переносят в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 10—15 см³ горячей воды, перемешивают, накрывают стакан часовым стеклом и через несколько минут осторожно приливают 20—25 см³ соляной кислоты. Содержимое стакана быстро нагревают до кипения и кипятят до полного растворения спека.

2.2.3. Раствор, полученный по пп. 2.2.1 или 2.2.2, выпаривают до влажных солей, прибавляют 10—15 см³ соляной кислоты, нагревают раствор до 50—60°С, добавляют 1—2 см³ раствора желатина, перемешивают и выдерживают 1—2 мин. Затем добавляют еще 1—2 см³ раствора желатина, снова перемешивают и через 15—20 мин разбавляют теплой водой до 40—50 см³. В присутствии значительных количеств титана (более 1%) перед добавлением желатина прибавляют несколько капель перекиси водорода.

Через 10—15 мин осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, оттирают приставшие к стенкам стакана частицы осадка кусочком беззольного фильтра и стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Промывают осадок на фильтре 6—8 раз теплой соляной кислотой, разбавленной 1 : 50, и затем 3—4 раза теплой водой. Фильтрат отбрасывают.

При проведении особо точных анализов проводят повторное выделение двуокиси кремния.

Фильтрат после выделения двуокиси кремния можно использовать для определения окиси кальция и окиси магния по ГОСТ 23581.16—81.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 1000—1100°С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 5 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серного ангидрида. Затем тигель с остатком помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 1000—1100°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.2.4. Для внесения поправки на массу двуокиси кремния в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot K \cdot 100}{m},$$

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

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

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси кремния на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

2.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 1 до 2	0,15
Св. 2 „ 5	0,2
„ 5 „ 10	0,3
„ 10 „ 20	0,4
„ 20 „ 45	0,5

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ ХЛОРНОКИСЛОТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на выделении кремниевой кислоты путем двукратного выпаривания раствора с хлорной кислотой.

Разложение проводят спеканием навески с перекисью натрия или со смесью углекислого натрия, щавелевой кислоты и азотнокислого калия или разлагают в смеси соляной и хлорной кислот с доплавлением нерастворимого остатка с углекислым натрием.

При возникновении разногласий в оценке качества руды, концентрата, агломерата или окатыша по показателю «Массовая доля двуокиси кремния» определение проводят гравиметрическим хлорнокислотным методом.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

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

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—77, прокаленный при температуре 700—800°С, для заполнения эксикатора;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

смесь для спекания: 10 г тонкоизмельченного углекислого натрия смешивают с 4 г щавелевой кислоты и 1 г азотнокислого калия;

натрия перекись;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 1, 1 : 4, 1 : 9;

кислоту хлорную плотностью 1,67 или 1,51 г/см^3;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 для заполнения эксикатора и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Массу навески железной руды, концентрата, агломерата или окатыша определяют в зависимости от предполагаемой массовой доли двуокиси кремния, как указано в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Масса навески, г
От 1 до 10	1
Св. 10	0,5

В случае присутствия в железной руде, концентрате, агломерате или окатыше нерастворимых сульфидов или органических веществ навеску перед растворением прокаливают в фарфоровом тигле при 500—700°С.

3.2.2. *Разложение спеканием* (метод пригоден для бедных руд с высоким содержанием амфотерных элементов)

3.2.2.1. Навеску железной руды, концентрата, агломерата или окатыша в соответствии с табл. 2 помещают в никелевый или железный тигель, добавляют 3 г перекиси натрия и тщательно перемешивают. Тигель со смесью ставят на 1—2 мин на край муфельной печи, нагретой до (400±20)°С. После этого тигель помещают на 1 ч в муфельную печь. При разложении смесь не должна плавиться. Если происходит плавление, операцию нужно повторить при более низкой температуре. После окончания спекания тигель извлекают из печи и охлаждают в эксикаторе.

3.2.2.2. При разложении железной руды, концентрата, агломерата или окатыша спеканием со смесью для спекания навеску массой 0,5 г и 1,5 г смеси для спекания помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью и перемешивают до получения

однородной по цвету массы. Полученную смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, очищая фарфоровый тигель от остатков ее при помощи 0,2—0,3 г смеси для спекания. Ампулообразный кулечек помещают на двойную подкладку из беззольной увлажненной фильтровальной бумаги в платиновый тигель. Тигель с содержимым помещают в муфельную печь на дно опрокинутого фарфорового тигля (для предупреждения перегрева и приплавления нижней части спека) и выдерживают при 750—800°С в течение 15—20 мин. При спекании легкоплавких материалов не следует поднимать температуру печи выше 780°С.

3.2.2.3. Тигель со спеком, полученным по пп. 3.2.2.1 или 3.2.2.2, помещают в низкий стакан вместимостью 600 см³, приливают 200 см³ воды и спек растворяют. Тигель извлекают, обмывают его водой и соляной кислотой, разбавленной 1 : 9, и остатки спекшейся массы снимают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. После этого приливают к раствору 50 см³ соляной кислоты и 45 см³ хлорной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и медленно нагревают до полного растворения спекшейся массы. Приливают 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, для предотвращения осаждения титана и содержимое стакана нагревают до появления густых белых паров хлорной кислоты. После охлаждения обмывают стенки стакана водой, смесь снова выпаривают до появления густых белых паров хлорной кислоты, затем, накрыв стакан часовым стеклом, продолжают нагревание в течение 20 мин.

3.2.2.4. К охлажденному раствору прибавляют 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 4, и раствор нагревают до растворения солей.

При наличии в железной руде, концентрате, агломерате или окатыше бария и свинца более 1% к охлажденному раствору, полученному по п. 3.2.2.3, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения солей.

3.2.3. *Разложение железной руды, концентрата, агломерата и окатыша кислотами* (метод пригоден для богатых руд с низким содержанием пустой породы)

3.2.3.1. Навеску железной руды, концентрата, агломерата или окатыша (табл. 2) помещают в стакан вместимостью 250—400 см³ и смачивают небольшим количеством воды. На каждый 1 г навески прибавляют 10 см³ соляной кислоты, 20 см³ хлорной кислоты и смесь нагревают до растворения основной массы навески. После охлаждения прибавляют 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до растворения солей. Прибавляют около 40 см³ воды и содержимое стакана тщательно перемешивают. Выделившийся остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают 3—4 раза соляной кислотой, разбавленной 1 : 9, затем горячей водой

до полного исчезновения кислой реакции. Фильтрат возвращают в исходный стакан, выпаривают до объема приблизительно 100 см³ и сохраняют (основной раствор).

3.2.3.2. Фильтр с остатком переносят в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—750°С. Тигель с остатком охлаждают, добавляют 2—3 г углекислого натрия, перемешивают и сплавляют при 950—1000°С; плав выщелачивают в основном растворе.

Тигель извлекают и обмывают водой. Прибавляют 25 см³ хлорной кислоты и раствор нагревают до появления густых белых паров хлорной кислоты. После охлаждения стенки стакана обмывают водой, раствор снова выпаривают до появления белых паров хлорной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и продолжают нагревание еще в течение 20 мин.

3.2.3.3. Раствор охлаждают, прибавляют 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 4, и затем содержимое стакана нагревают до растворения солей.

При наличии в железной руде, концентрате, агломерате или окатыше бария и свинца более 1% к охлажденному раствору, полученному по п. 3.2.3.2, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения солей.

3.2.4. Осадок, содержащий кремниевую кислоту, выделенную по пп. 3.2.2 или 3.2.3, отфильтровывают на бумажный фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, и промывают 2—3 раза горячей водой, 6—8 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 9, затем снова горячей водой 2—3 раза. Фильтр с осадком сохраняют. Фильтрат выпаривают до появления густых белых паров хлорной кислоты и вновь выделяют и фильтруют кремниевую кислоту так же, как указано выше.

Затем оба фильтра с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (масса m_1).

Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 5 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с серной и фтористоводородной кислотами повторяют еще раз, после чего тигель прокаливают при 1000—1100°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (масса m_2).

3.2.5. Для внесения поправки на массу двуокиси кремния в реактивах одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 2.3.1.

3.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 1 до 2	0,08
Св. 2 „ 5	0,1
„ 5 „ 10	0,15
„ 10 „ 20	0,2
„ 20 „ 45	0,28

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты при pH 1,0—1,5 с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой в растворе с молярной концентрацией серной кислоты 1,25—1,5 моль/дм³ до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и фотометрировании окрашенного раствора. Влияние фосфора и мышьяка устраняется повышением кислотности раствора серной кислоты до молярной концентрации 1—1,5 моль/дм³.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

4.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 1050°С;

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий нагревают постепенно до 350—400°С и прокаливают при указанной температуре в течение 1,5 ч;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

смесь для сплавления: тщательно перемешивают 4 г измельченного безводного углекислого натрия с 1 г тетраборнокислого натрия. Смесь хранят в закрытой банке;

кремния двуокись по ГОСТ 9428—73;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 5;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 3 и раствор с молярной концентрацией 0,075 моль/дм³;

кислоту аскорбиновую по ГОСТ 4815—76, раствор 20 г/дм³, свежеприготовленный;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор 50 г/дм³; свежеприготовленный;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 3%-ный;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 10 г/дм³;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм³;

стандартные растворы двуокиси кремния:

раствор А: 0,25 г двуокиси кремния, прокаленной при 1000—1050°С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 2 г углекислого натрия. Плав растворяют в горячей воде, прибавляют 10 см³ раствора гидроокиси натрия, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 1 мг двуокиси кремния;

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,05 мг двуокиси кремния;

раствор В: 5 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора В соответствует 0,01 мг двуокиси кремния. Раствор хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску железной руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,1 г помещают в платиновый тигель, в который предварительно внесено 1,5 г смеси для сплавления, перемешивают, закрывают тигель крышкой и сплавляют в муфельной печи при 950—1000°С в течение 3—5 мин с момента расплавления. После охлаждения тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 400—600 см³, приливают 60—80 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 5, и нагревают при 90°С до полного растворения плава. Тигель и крышку извлекают из стакана, обмывают водой.

При наличии в пробе марганца (плав окрашен в зеленый цвет) во избежание порчи платинового тигля плав растворяют в 50—80 см³ воды, извлекают тигель и обмывают его водой. К раствору добавляют 12 см³ соляной кислоты, 1—2 капли перекиси водорода и нагревают до кипения. Полученный раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ при массовой доле двуокиси кремния до 1% или в колбу вместимостью 250 см³ при массовой доле двуокиси кремния от 1 до 5%, или в мерную колбу вместимостью 500 см³ при массовой доле более 5%, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор можно использовать для определения окиси алюминия фотометрическим методом по ГОСТ 23581.17—81.

4.2.2. Отбирают аликвоту объемом 10 см³ (при массовой доле двуокиси кремния до 1%), 5 см³ (при массовой доле двуокиси кремния свыше 1%) в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 35 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,075 моль/дм³, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 5—10 мин (для образования жел-

того молибденового комплекса). Затем приливают 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 3, по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 820 нм или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 600—750 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10—20 мм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду.

4.2.3. Для внесения поправки на массу двуокиси кремния в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

4.2.4. По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу двуокиси кремния по градуировочному графику.

4.2.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ в зависимости от массовой доли двуокиси кремния помещают 2; 3; 5; 7,5; 10 см³ стандартного раствора двуокиси кремния (раствор В), что соответствует 0,02; 0,03; 0,05; 0,075; 0,1 мм двуокиси кремния, или 1, 2, 3, 4, 5 см³ стандартного раствора двуокиси кремния (раствор Б), что соответствует 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25 мг двуокиси кремния, приливают раствор контрольного опыта в объеме, равном объему аликвоты анализируемого раствора, приливают по 35 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,075 моль/дм³ по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония.

Тщательно перемешивают и оставляют на 5—10 мин. Приливают 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 3, по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 4.2.2.

Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как указано выше, без добавления стандартного раствора двуокиси кремния.

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им массам двуокиси кремния строят градуировочный график.

4.3. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

K — коэффициент пересчета массовой доли двуокиси кремния на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1.

m — масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша, соответствующая аликвоте, г.

4.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,2 до 0,5	0,06
Св. 0,5 „ 1	0,1
„ 1 „ 2	0,15
„ 2 „ 5	0,2
„ 5 „ 10	0,3
„ 10 „ 20	0,4

Изменение № 1 ГОСТ 23581.15—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения двуокиси кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3720 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Пункты 2.1.1, 3.1.1. Исключить ссылку: «по ГОСТ 6371—73».

Пункт 2.1.1 дополнить абзацем (после четвертого):

«Тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—80»;

дополнить абзацем (после одиннадцатого): «Кислоту азотную по ГОСТ 4461—77»;

четырнадцатый абзац исключить;

пятнадцатый абзац. Заменить обозначение: 1:2 на 1:4.

шестнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1»;

восемнадцатый абзац. Исключить слова: «Чтобы сохранить раствор желатины в течение 1—2 мес, прибавляют 0,1 г хлорной ртути на каждые 100 см³ раствора».

Пункт 2.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «После окончания разложения раствор» на «Прибавляют 1—2 см³ азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота,»;

третий абзац. Заменить обозначение: 1:2 на 1:4.

Пункт 2.2.2. Первый абзац после слов «на дно фарфорового тигля» дополнить словами: «или толстый слой асбеста»;

первый, второй абзацы. Заменить значение: 750- 800 °С на 750—850 °С;

третий абзац дополнить словами: «Затем прибавляют 1—2 см³ азотной кислоты и кипятят раствор до удаления окислов азота».

Пункт 3.1.1. Двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «Кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1».

Пункт 3.2.1. Таблицу 2 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 38)

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Масса навески, г
От 1 до 10	1,0
Св. 10 » 20	0,5
» 20 » 45	0,25

Пункт 3.2.2.1. Исключить слова: «После окончания спекания тигель извлекают из печи и охлаждают в эксикаторе».

Пункт 3.2.2.2. Заменить значение: 750—800 °С на 750—850 °С.

Пункты 3.2.2.3, 3.2.3.2 (второй абзац) дополнить словами: «затем приоткрывают часовое стекло и выпаривают раствор до удаления основной массы хлорной кислоты».

Пункт 3.2.3.1 после слов «до растворения основной массы навески» дополнить словами: «затем выпаривают раствор до появления густых белых паров хлорной кислоты».

Пункт 3.2.3.2. Первый абзац. Заменить значение: 2—3 г на 3 г.

Пункт 3.2.4. Первый абзац. Заменить слова: «Фильтрат выпаривают до появления густых белых паров хлорной кислоты и вновь выделяют и фильтруют кремниевую кислоту так же, как указано выше» на «При возникновении разногласий в оценке качества по показателю содержания двуокиси кремния проводят повторное выделение двуокиси кремния».

Раздел 4. Вводная часть. Заменить значение и слова: 1,25—1,5 моль/дм^3 на 0,7—1,5 моль/дм^3; «Влияние фосфора и мышьяка устраняется повышением кислотности раствора серной кислоты до молярной концентрации 1—1,5 моль/дм^3» на «Влияние фосфора и мышьяка устраняется повышением концентрации серной кислоты в растворе до 1—1,5 моль/дм^3».

Пункт 4.1.1. Десятый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 4815—76»;

дополнить абзацами (после десятого): «кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

(Продолжение см. с. 39)

смесь восстановительную: 2 г аскарбиновой кислоты и 20 г щавелевой кислоты растворяют в воде, прибавляют 8 см³ серной кислоты, перемешивают и разбавляют водой до 1 дм³»;

двенадцатый абзац дополнить словом: «раствор»;

тринадцатый абзац. Заменить ссылку: «по ГОСТ 20490—79» на «по ГОСТ 20490—75»;

семнадцатый абзац. Заменить слово: «раствор» на «растворы».

Пункт 4.2.1. Первый абзац. Заменить значения: 1,5 г на 2—2,5 г; 60—80 см³ на 60 см³;

второй абзац. Заменить слова: «К раствору добавляют 12 см³» на «К раствору при энергичном перемешивании добавляют 10 см³»;

заменить значение: 5 % на 12 % (2 раза);

третий абзац дополнить словами: «или для определения окиси кальция и окиси магния комплексонометрическим методом по ГОСТ 23581.16—81».

Пункт 4.2.2. Первый абзац после слов «(для образования желтого молибденового комплекса)» дополнить словами: «При содержании двуокиси кремния ме-

(Продолжение см. с. 40)

нее 1 % время выдержки для образования желтого кремнемолибденового комплекса должно быть не менее 10 мин»;

после слов «10 см³ раствора аскорбиновой кислоты» дополнить словами: «или 20 см³ раствора восстановительной смеси»;

заменить слова: «Через 5—10 мин» на «Через 5 мин при восстановлении аскорбиновой кислотой и через 10 мин при восстановлении смесью аскорбиновой и щавелевой кислот».

Пункт 4.2.5. Первый абзац. Заменить единицу: мм на мг;

второй абзац после слов «10 см³ раствора аскорбиновой кислоты» дополнить словами: «или 20 см³ восстановительной смеси»;

заменить слова: «Через 5—10 мин» на «Через 5 мин при восстановлении аскорбиновой кислотой и через 10 мин при восстановлении смесью аскорбиновой и щавелевой кислот».

(ИУС № 2 1987 г.)