

### КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

#### Методы определения двуокиси кремния

**Molibdenum concentrates.**  
Methods for the determination  
of silicon dioxide content

ГОСТ  
2082.4-81Взамен  
ГОСТ 2082.4—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.

до 01.07. 1987 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

900705.92  
140' 3 8 2

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический и гравиметрический методы определения двуокиси кремния (при содержании от 0,1 до 15 %).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2082.0-81.

## 2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

[при содер­жан­нии дво­окси­да крем­ния от 0,1 до 1 %]

Метод основан на образовании кремнемолибденовой гетерополиокислоты после выделения кремниевой кислоты в сернокислой среде и сплавления с углекислым натрием.

## 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектродетектор любого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:1, 1:2, 1 н. раствор и раствор с рН 1,5; готовят следующим образом: 60 см<sup>3</sup> 1 н. раствора кислоты разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор; готовят следующим образом: 52,97 г молибденовокислого аммония растворяют в 1000 см<sup>3</sup> горячей воды.

Конго красный по ГОСТ 5552—74.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрий кремнекислый по ГОСТ 4329—77.

Стандартные растворы двуокиси кремния:

раствор А; готовят следующим образом: 4,734 г кремнекислого натрия помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup> и растворяют в 80—100 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг двуокиси кремния (точное содержание устанавливают гравиметрическим методом). Отбирают аликвоту 20 см<sup>3</sup> в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и выпаривают почти досуха. Далее от слов «К остатку в стакане приливают 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:2 соляной кислоты и т. д.» п. 2.2.3.1;

раствор Б свежеприготовленный; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доливают до метки раствора серной кислоты с рН 1,5.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,2 мг двуокиси кремния.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску концентрата массой 1 г (при содержании двуокиси кремния от 0,1 до 0,5 %) или 0,5 г (при содержании двуокиси кремния от 0,5 до 1 %) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают сначала под стеклом, затем, сняв его, до прекращения выделения окислов азота. Далее приливают 10 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты и продолжают нагревание до выделения густых паров серного ангидрида.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды и нагревают до кипения. Нерастворимый остаток количественно переносят на плотный фильтр и промывают 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, а затем прокалывают при температуре 450—500 °С. Тигель с остатком охлаждают, прибавляют 2 г углекислого натрия, перемешивают, покрывают сверху еще 1 г углекислого натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре 1100 °С до полного расплавления массы. Тигель с содержимым вынимают из муфельной печи, охлаждают, помещают в полиэтиленовый стакан и выщелачивают плав 50 см<sup>3</sup> горячей воды, а затем для ускорения выщелачивания приливают 10—15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной 1:1. После полного выщелачивания плава тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой и к раствору приливают разбавленную 1:2 серную кислоту до изменения окраски бумажки «конго красный» в сиреневый цвет. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Сразу же в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают пипет-

кой 20 см<sup>3</sup> раствора, приливают 10 см<sup>3</sup> 1 н. раствора серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. Измерение оптической плотности растворов проводят в течение 1 ч после их подготовки к колориметрированию.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание двуокиси кремния в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор не отмеривают. В колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> 1 н. раствора серной кислоты, по 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, доливают до метки водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который стандартный раствор двуокиси кремния не вводили.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям двуокиси кремния строят градуировочный график.

### 2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000},$$

где  $C$  — количество двуокиси кремния, найденное по градуировочному графику, мг;

200 — объем испытуемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г;

$V$  — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см<sup>3</sup>.

2.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,3	0,03
Св. 0,3 > 0,5	0,06
> 0,5 > 1	0,10

## 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

(при содержании двуокиси кремния в концентратах выше 1%)

Метод основан на осаждении кремниевой кислоты из солянокислого раствора путем коагуляции ее желатином.

## 3.1. Реактивы и растворы

Применяют все реактивы и растворы, приведенные в п. 2.1, и дополнительно следующие:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1, 1:2, 1:99;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—78;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 1 г желатина растворяют в 100 см<sup>3</sup> нагретой до 70 °С воды при перемешивании до полного растворения. Применяют только свежеприготовленные растворы. Если раствор при взбалтывании не образует устойчивой пены, он не пригоден.

## 3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Растворение навески, выделение кремниевой кислоты и сплавление ее с углекислым натрием проводят, как указано в п. 2.2.1.

Тигель с содержимым вынимают из муфельной печи, охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и осторожно приливают небольшими порциями разбавленную 1:2 соляную кислоту до прекращения выделения пузырьков углекислого газа. Тигель из стакана вынимают и обмывают разбавленной 1:99 соляной кислотой. Раствор выпаривают почти досуха. К остатку в стакане приливают 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:2 соляной кислоты и 2 см<sup>3</sup> раствора желатина, перемешивая после каждого добавления реактива. Через 1—2 мин при перемешивании к раствору приливают еще 2 см<sup>3</sup> раствора желатина и оставляют при комнатной температуре на 20 мин, периодически перемешивая. Затем приливают 50 см<sup>3</sup> горячей воды, перемешивают и снова оставляют на 15—20 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 6—8 раз горячей разбавленной 1:99 соляной кислотой, а затем 5—6 раз горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озолотят, прокалывают в течение 1 ч в муфельной печи при 1100 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Затем остаток в тигле смачивают 2—3 каплями серной кислоты, приливают 8—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, нагревают до прекращения выделения паров серной кислоты, вновь прокалывают в муфельной печи при той же температуре в течение 15—20 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

## 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю двуокиси кремния ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

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

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

$m$  — масса навески концентрата, г.

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

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 1 до 2	0,14
Св. 2 » 3	0,18
» 3 » 5	0,22
» 5 » 8	0,28
» 8 » 10	0,32
» 10 » 15	0,36

**Изменение № 1 ГОСТ 2082.4—81 Концентраты молибденовые. Методы определения двуокиси кремния**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3886 срок введения установлен**

**с 01.05.87**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

*(Продолжение см. с. 58)*

---

По всему тексту стандарта заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.2.1, Второй абзац. Заменить значение: 10—15 см<sup>2</sup> на 3—15 см<sup>2</sup>.

(ИУС № 3 1987 г.)

---

Вводная часть. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле».

Пункт 2.1. Заменить слова: «контго красный по ГОСТ 5552—74» на «Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6—09—1181—76».

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «После полного выщелачивания плава тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой и к раствору приливают разбавленную 1:2 серную кислоту до изменения окраски бумажки «контго красный» в сиреневый цвет» на «После полного выщелачивания плава тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой и к раствору приливают разбавленную 1:2 серную кислоту до pH 1—2 по изменению окраски универсальной индикаторной бумаги».

Разделы 2, 3 (наименование), пункт 2.2.1 (первый абзац). Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле» (3 раза).

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции: «2.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходности ( $d_{cx}$ ) и воспроизводимости ( $D$ ), приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ( $d_{cx}$ )	анализов ( $D$ )
От 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,04
Св. 0,30 » 0,50 »	0,06	0,07
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,12

(Продолжение см. с. 20)



Пункт 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 11293—89.

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ( $d_{сх}$ ) и воспроизводимости ( $D$ ), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ( $d_{сх}$ )	анализов ( $D$ )
От 1,00 до 2,00 включ.	0,14	0,20
Св. 2,00 » 3,00 »	0,18	0,23
» 3,00 » 5,00 »	0,22	0,28
» 5,00 » 8,00 »	0,28	0,32
» 8,00 » 10,00 »	0,32	0,36
» 10,00 » 15,00 »	0,36	0,42

(ИУС № 1 1992 г.)