

## ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

## Метод определения полуторных окислов

Fluorite. Method for the determination  
of sesquioxidesГОСТ  
7619.5—81Взамен  
ГОСТ 7619.5—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1195 срок действия установлен

*снят с официального срока действия* с 01.01. 1982 г.  
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавленый шпат и устанавливает гравиметрический метод определения содержания полуторных окислов при массовой доле от 0,1 до 5 %.

Метод основан на осаждении полуторных окислов уротропином после отделения сульфата бария и окисления железа в растворе, полученном после обработки навески серной и фтористоводородной кислотами и сплавления остатка с углекислым калием-натрием. Осадок полуторных окислов прокаливают при 900—1000 °С до постоянной массы и взвешивают.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 7619.0—81.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

печь электрическую муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С;

термопару термоэлектрическую хромель-алюмелевую ТХА по ГОСТ 6616—74;

чашки платиновые по ГОСТ 6563—75;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1 и 1:4;  
кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10784—78;

калий-натрий углекислый, безводный по ГОСТ 4332—76;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76;

метиловый красный (4-диметиламиноазобензол-2 карбоновая кислота) по ГОСТ 5853—51, 0,1 %-ный спиртовой раствор;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>,  
нейтрализованный аммиаком до пожелтения индикатора метилового красного;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;

уротропин (гексаметиленetetрамин) по ГОСТ 1381—73, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>;

азотнокислое серебро по ГОСТ 1277—75, 1 %-ный раствор;

бумагу конго.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску плавикового шпата массой 1 г помещают в платиновую чашку, увлажняют 3—4 каплями воды, приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. Затем содержимое чашки охлаждают, доливают 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Выпаривание с фтористоводородной кислотой повторяют трижды. Остаток охлаждают, обмывают стенки чашки водой, добавляют 2—3 капли серной кислоты и выпаривают досуха.

Далее к содержимому чашки добавляют 10 г калия-натрия углекислого и сплавляют при 850—900 °С в течение 10—15 мин. Плав выщелачивают горячей водой в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, осторожно добавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 3—4 капли пергидроля. Раствор кипятят в течение 5 мин, после чего фильтруют через плотный фильтр в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают горячей водой, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты. Общий объем фильтра и промывных вод должен быть не менее 350—400 см<sup>3</sup>. Полученный раствор нейтрализуют раствором аммиака до начала покраснения индикаторной бумаги конго. Затем добавляют несколько капель соляной кислоты, разбавленной 1:4, до перехода цвета индикаторной бумаги конго в сиреневый цвет, приливают 15 см<sup>3</sup> уротропина и раствор выдерживают в течение 10 мин при температуре около 80 °С, не доводя его до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором азотнокислого аммония до исчезновения реакции на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра, подкисленного азотной кислотой).

Осадок с фильтром помещают во взвешенный платиновый тигель, сушат, озоляют и прокалывают при температуре 900—1000 °С.

в течение 1 ч. После охлаждения в эксикаторе тигли с осадком взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю полуторных окислов ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса полуторных окислов, г;

$m$  — масса навески плавикового шпата, г.

4.2. Расхождение для соответствующего интервала содержания полуторных окислов между результатами параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, приведенной в таблице.

| Массовая доля полуторных окислов, % | Допускаемое расхождение, % |
|-------------------------------------|----------------------------|
| От 0,1 до 0,3                       | 0,1                        |
| Св. 0,3 » 1                         | 0,15                       |
| » 1 » 3                             | 0,2                        |
| » 3 » 5                             | 0,25                       |

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**Изменение № 1 ГОСТ 7619.5—81 Шпат плавиковый. Метод определения полуторных окислов**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.86 № 2180 срок введения установлен**

**с 01.01.87**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1769.

(ИУС № 10 1986 г.)

---

**Изменение № 2 ГОСТ 7619.5—81 Шпат плавиковый. Метод определения полуторных окислов**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2164**

**Дата введения 01.07.92**

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность между результатами параллельных определений и результатами анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

*(Продолжение см. с. 58)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.5—81)

| Массовая доля полуторных связев, % | Допускаемые расхождения, %  |                        |
|------------------------------------|-----------------------------|------------------------|
|                                    | параллельных<br>определений | результатов<br>анализа |
| От 0,10 до 0,30 включ.             | 0,07                        | 0,10                   |
| Св. 0,30 > 1,00 >                  | 0,12                        | 0,15                   |
| > 1,00 > 3,00 >                    | 0,15                        | 0,20                   |
| > 3,00 > 5,00 >                    | 0,20                        | 0,25                   |

ИУС № 4 1992 г.)