



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ МАГНИЯ

ГОСТ 7619.10-75

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН Сибирским Государственным проектным и научно-исследовательским институтом цветной металлургии [Сибцветмет-НИИпроект]

Зам. директора Аврамов В. Е.

Руководители темы: Петрова М. Л., Верхотуров Г. Н.

Исполнители: Шамсудинова Ю. Н., Глинская Н. М., Карапуза Т. И.

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Зам. министра Устинов В. С.

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор Гличев А. В.

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 1 августа 1975 г. № 2048

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Методы определения содержания окиси магния

Fluorite. Methods for determination of magnesium oxide content.

ГОСТ

7619.10—75

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 1 августа 1979 г. № 2048 срок действия установлен

с 01.07 1976 г.
до 01.07 1981 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает фотоколориметрический и атомно-абсорбционный методы определения содержания окиси магния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения содержания окиси магния — по ГОСТ 7619.0—70.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

[при содержании окиси магния от 0,02 до 3%]

Метод основан на абсорбции гидроокисью магния титанового желтого в щелочной среде (рН 12) и фотометрировании окрашенного раствора. Мешающее влияние железа, марганца и алюминия устраняют связыванием их триэтаноламином в растворимые бесцветные комплексные соединения.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67, разбавленную 1:1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, разбавленную 1:1, 1:5 и 1:99;

спирт этиловый (гидролизный), ректифицированный;

триэтаноламин, разбавленный 1 : 3;

кальций хлористый, не содержащий магний;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—65, 1%-ный свежеприготовленный раствор; готовят следующим образом: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 мл, приливают 30—40 мл воды и оставляют на 1 ч, периодически перемешивая. Затем стакан с содержимым помещают в нагретую до кипения воду, перемешивают до растворения, доливают водой до 100 мл и вновь перемешивают;

спирт поливиниловый, 1%-ный раствор, готовят в день применения, растворяя навеску при кипении в течение 5 мин;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 1 н. раствор; готовят следующим образом: 40 г едкого натра растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор выдерживают в течение 2 сут и хранят в полиэтиленовом сосуде, плотно закрыв пробкой;

калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332—65;

титановый желтый (аммонийная соль), 0,5%-ный раствор в 50%-ном этиловом спирте и 0,01%-ный раствор, приготовленный следующим образом: к 2 мл 0,5%-ного раствора приливают 2,5 мл раствора поливинилового спирта, доливают водой до объема 100 мл и перемешивают. Растворы хранят в склянках из темного стекла;

магний металлический, не ниже 99,95%. Для удаления окиси с поверхности магний промывают соляной кислотой, разбавленной 1 : 5, затем 3—5 раз водой и высушивают при 105—110°C;

стандартные растворы окиси магния:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,6032 г металлического магния растворяют в 25 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора А соответствует 1 мг окиси магния;

раствор Б, приготовленный следующим образом: отбирают 100 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 мл, прибавляют 2,96 г хлористого кальция, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б соответствует 0,1 мг окиси магния.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску пробы плавикового шпата массой 0,25—0,5 г (в зависимости от содержания окиси магния) помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, изготовленную из стекла «пирекс», приливают 30 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и содержимое колбы кипятят 30 мин, покрыв часовым стеклом. Далее раствор выпаривают досуха, приливают 10 мл концентрированной азотной кислоты и снова выпаривают досуха. Выпаривание с азотной кислотой повторяют. Для удаления окислов азо-

та приливают 10 мл соляной кислоты и вновь выпаривают до суха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. Сухой остаток смачивают 7 мл соляной кислоты, приливают 20 мл горячей воды и кипятят 2—3 мин, покрыв часовым стеклом, до растворения растворимых солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, промывают 5—6 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 300 мл.

При содержании в плавиковом шпате минерала слюды, содержащей магний, нерастворимый остаток доплавляют. Для этого фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 600—700°C в течение 30 мин.

Содержимое тигля охлаждают, прибавляют пяти-, шестикратное количество углекислого калия-натрия по отношению к осадку, перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 850—900°C до однородной массы.

Плав охлаждают, помещают вместе с тиглем в стакан с первоначальным фильтратом, выщелачивают, тигель извлекают из стакана и обмывают водой.

Раствор в стакане выпаривают до получения влажных солей. Соли растворяют в 5 мл соляной кислоты, приливают пипеткой 10 мл раствора желатина, 20 мл горячей воды, перемешивают в течение 5 мин и фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 200 мл. Осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:99. Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора 2—10 мл (в зависимости от содержания окиси магния) в мерную колбу вместимостью 50 мл, приливают 3 мл разбавленного триэтаноламина, 5 мл 0,01%-ного раствора титанового желтого, 5 мл раствора поливинилового спирта, перемешивают и приливают из бюретки по каплям раствор едкого натра до изменения окраски жидкости из лимонно-желтой в желто-розовую и в избыток 5 мл. Раствор доливают до метки колбы водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектротоколориметре, применяя светофильтр с максимумом пропускания 545 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, с добавлением хлористого кальция в количестве, соответствующем содержанию его в пробе.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание окиси магния по градуировочному графику.

2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 мл микробюреткой отмеривают 0,05; 0,1;

0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 мг окиси магния. Во все колбы приливают воды до объема раствора 10 мл, по 3 мл разбавленного триэтаноламина, по 5 мл 0,01% раствора титанового желтого, по 5 мл раствора поливинилового спирта, перемешивают и далее анализ продолжают по п. 2.2.1.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям окиси магния строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Содержание окиси магния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески пробы, г;

m_1 — масса окиси магния, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем аликовой части раствора, мл.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Содержание окиси магния, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,05	0,006
Св. 0,05 " 0,1	0,0065
" 0,1 " 0,3	0,03
" 0,3 " 1	0,06
" 1 " 3	0,14

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

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

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (при содержании окиси магния от 0,005 до 3%)

Метод основан на измерении оптической плотности при фотометрии пламени с помощью фотометра, которая пропорциональна

концентрации определяемого элемента в анализируемом растворе, вводимого в пламя газовой горелки. Пламя бутан—пропан — воздушное.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотометр типа «Спектр-1» и все реактивы и растворы, приведенные в п. 2.1.1, и дополнительно следующие:

стандартный раствор окиси магния, приготовленный следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл стандартного раствора А, приготовленного по п. 2.1.1, в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл стандартного раствора соответствует 0,01 мг окиси магния;

кальций хлористый, не содержащий магний, раствор, приготовленный следующим образом: 2,96 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. При содержании окиси магния в плавиковом шпате до 0,04% раствор, приготовленный по п. 2.2.1 в мерной колбе вместимостью 200 мл, фотометрируют при аналитической линии магния 285,2 нм. Сначала в пламя горелки вводят раствор контрольного опыта с добавлением хлористого кальция в количестве, соответствующем содержанию его в пробе. Затем в пламя горелки вводят анализируемый раствор.

По оптической плотности пламени анализируемого раствора с учетом оптической плотности пламени раствора контрольного опыта устанавливают концентрацию окиси магния по градуировочному графику.

Фотометрирование для каждой навески пробы проводят три раза и вычисляют среднюю арифметическую величину концентрации окиси магния.

3.2.2. При содержании окиси магния в плавиковом шпате свыше 0,04% от раствора, приготовленного по п. 2.2.1 в мерной колбе вместимостью 200 мл, отбирают аликовотную часть 1—10 мл (в зависимости от содержания окиси магния) в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и фотометрируют, как указано в п. 3.2.1.

3.2.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 мл отбирают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 мл стандартного раствора окиси магния. В каждую колбу приливают раствор хлористого кальция до метки и фотометрируют. Концентрация приготовленных растворов соответствует 0,1; 0,2; 0,5 и 1 мкг/мл окиси магния.

Для построения градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение результатов трех измерений оптической плотности пламени для каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным концентрациям окиси магния строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Содержание окиси магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 10^3},$$

где C — концентрация окиси магния, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

V — объем всего анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем разбавления аликовтной части раствора, мл;

m — масса навески пробы, г;

V_2 — объем аликовтной части раствора, мл.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений приведено в п. 2.3.2.

Редактор *А. С. Пшеничная*

Технический редактор *В. Ю. Смирнова*

Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 15.08.75 Подп. в печ. 22.09.75 0,5 п. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Издательство стандартов. Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1413

Группа А59

Изменение № 1 ГОСТ 7619.10—75 Шпат плавиковый. Методы определения содержания окиси магния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.07.85 № 2325 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.10—75)

Вводная часть. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 7619.0—70 на ГОСТ 7619.0—81.

Пункт 1.1, раздел 2 (наименование), пункты 2.2.1, 2.3.1, 2.3.2, раздел 3 (наименование), пункты 3.2.1, 3.2.3, 3.3.1. Заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Пункт 2.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 11293—65 на ГОСТ 11293—78, ГОСТ 4328—66 на ГОСТ 4328—77, ГОСТ 4332—65 на ГОСТ 4332—76.

(ИУС № 11 1985 г.)

Группа А59

Изменение № 2 ГОСТ 7619.10—75 Шпат плавиковый. Метод определения содержания окиси магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 19.07.90 № 2217

Дата введения 01.03.91

Пункт 2.1.1. Восьмой абзац. Заменить слова: «1%-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %»;

(Продолжение см. с. 40)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.10—75)

девятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»;

десятый абзац. Заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор 1 моль/дм³»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «титановый желтый (аммонийная соль), раствор с массовой долей 0,5 % в растворе этилового спирта с массовой долей 50 % и раствор с массовой долей 0,01 %, приготовленный следующим образом: к 2 см³ раствора с массовой долей 0,5 % приливают 2,5 см³ раствора поливинилового спирта, доливают водой до объема 100 см³ и перемешивают. Растворы хранят в склянках из темного стекла».

(Продолжение см. с. 41)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.10—75)

Пункт 2.2.2. Заменить слова: «0,01 % раствора титанового желтого» на «раствора титанового желтого с массовой долей 0,01 %».

Пункт 2.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Разность резуль-

(Продолжение см. с. 42)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.10—75)

татов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице»;
последний абзац. Исключить слово: «последних».

(ИУС № 11 1990 г.)