

ГОСТ 25542.1—93  
(ИСО 1232—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# ГЛИНОЗЕМ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

## Предисловие

## 1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

**ВНЕСЕН** Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

**2 ПРИНЯТ** Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

**3** Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.1—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

## 4 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.1—82

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****ГЛИНОЗЕМ**

Метод определения диоксида кремния

Alumina. Method for the determination  
of silicon dioxide**ГОСТ****25542.1—93****(ИСО 1232—76)**

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения диоксида кремния *при массовой доле от 0,01 до 0,2 %*. Массовая доля оксида ванадия и оксида фосфора до 0,02 %.

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

**2. ССЫЛКИ**

ГОСТ 25389 Глинозем. Методы подготовки проб.

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

**3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА**

Образование окисленного (*гетерополикислоты*) молибдосиликата (желтого) при определенной кислотности (*pH 0,85—0,95*) и концентрации реактивов, температуры и времени.

Восстановление *аскорбиновой кислоты* комплекса в сильной сернокислой среде в присутствии винной кислоты *до кремнемолибденовой сини*.

Спектрофотометрическое измерение восстановленного окрашенного комплекса при длине волны 815 нм *в области светопропускания от 620 до 650 нм*.

**Издание официальное**

## 4. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Обычная лабораторная аппаратура.

Чашка платиновая с плоским дном диаметром 70 мм, высотой 35 мм и прилагающаяся к ней платиновая крышка.

Печи электрические, отрегулированные на температуры  $(500 \pm 50)^\circ\text{C}$  и от 1000 до  $1025^\circ\text{C}$ .

pH-метр

Спектрофотометр

**Примечание** Стекланные детали следует осторожно промыть горячей хромовосерной кислотой, приняв все необходимые меры предосторожности.

Для щелочных растворов не следует использовать стеклянную посуду.

При анализе используют только реактивы ч.д.а. и дистиллированную воду.

Карбонат натрия безводный по ГОСТ 83.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

*Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.*

*Натрий или аммоний молибденово-кислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.*

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 8 и 0,14 моль/дм<sup>3</sup>.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: 0,2500 г тонко растертого предварительно прокаленного в течение 1 ч при температуре  $1000^\circ\text{C}$  и охлажденного в эксикаторе диоксида кремния помещают в платиновый тигель, перемешивают с 5 г углекислого натрия и сплавляют 10—15 мин. при температуре  $900\text{—}950^\circ\text{C}$  до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают при нагревании в воде в платиновой, серебряной или никелевой чашке, тигель ополаскивают в эту же чашку. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,00025 г диоксида кремния.

Раствор Б: 20,0 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г диоксида кремния.

Раствор Б: 20,0 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 17,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000005 г диоксида кремния.

*Натрий тетраборно-кислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.*

*Раствор-фон I: 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборно-кислого натрия помещают в платиновую чашку, перемешивают и растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, содержащий 48 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.*

*Раствор-фон II: 10 г борной кислоты и 24 г углекислого натрия перемешивают, растворяют при нагревании в 150 см<sup>3</sup> воды в платиновой чашке вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, содержащий 74 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>. Фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.*

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение массовой доли диоксида кремния при разложении пробы глинозема азотной кислотой

4.1.1. В зависимости от массовой доли диоксида кремния отбирают аликвотную часть азотно-кислого раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, согласно табл. 1 или табл. 2 и помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Таблица 1

Объем основного раствора, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г	Объем воды, который следует добавить к аликвотной части, см <sup>3</sup>
500	50	0,50	0
250	25	0,50	5

Раствор разбавляют водой до объема 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора молибденово-кислого аммония и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля диоксида кремния, %	Объем аликвотной части раствора пробы, см <sup>3</sup>	Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,01 до 0,03	25	0,5
Св. 0,03 » 0,07	10	0,2
» 0,07 » 0,2	5	0,1

Устанавливают рН раствора от 0,85 до 0,95 добавлением из бюретки раствора азотной кислоты или раствора аммиака.

Разбавляют, если необходимо, раствор так, чтобы объем раствора после прибавления раствора азотной кислоты или аммиака был 65 см<sup>3</sup>, и снова измеряют рН.

Добавленное количество раствора азотной кислоты или аммиака записывают. Раствор выбрасывают.

4.1.2. Из того же раствора пробы отбирают вновь такую же аликвотную часть и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до объема 50 см<sup>3</sup>, добавляют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в количестве, определенном в п. 4.1.1, разбавляют, если необходимо, водой до 60 см<sup>3</sup> и добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают и оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С, затем к раствору добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 22 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 815 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 620 до 650 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу диоксида кремния в растворе находят по градуировочному графику.

4.1.3. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая помещают по 25 см<sup>3</sup> раствора-фона I. Затем добавляют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в количестве, определенном предварительно следующим образом: 25,0 см<sup>3</sup> раствора-фона I помещают в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и перемешивают. Устанавливают рН раствора от 0,85 до 0,95 добавлением из бюретки растворов азотной кислоты или аммиака. Добавленное количество раствора аммиака или азотной кислоты записывают.

Раствор отбрасывают.

После добавления раствора-фона I и необходимого количества раствора азотной кислоты или аммиака в мерные колбы отбирают 0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 и 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,000125; 0,00015 и 0,0002 г диоксида кремния. Все колбы доливают водой до объема 60 см<sup>3</sup>, добавляют по 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С и далее поступают согласно п. 4.1.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора кремния.

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

4.2. Определение массовой доли диоксида кремния при разложении пробы серной кислотой

4.2.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в платиновый тигель, прибавляют 1 г борной кислоты, 2,4 г углекислого натрия, тщательно перемешивают и сплавляют при температуре 1000 °С в течение 15 мин, предварительно помещая тигель с содержимым на 5—10 мин в более холодную часть муфеля до прекращения потрескивания.

После охлаждения плав выщелачивают горячей водой в стакан, в который предварительно отмеряют бюреткой 13,1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>. Остаток оксида железа в тигле растворяют в 1,7 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>, отмеренного бюреткой, нагревая содержимое тигля в течение 3—5 мин. Раствор присоединяют к основному раствору.

Тигель 2—3 раза ополаскивают горячей водой. Содержимое стакана нагревают до полного растворения осадка, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Этот раствор используют также для определения массовой доли оксида железа.

Для проведения контрольного опыта смесь углекислого натрия с борной кислотой помещают в платиновом тигле в муфельную печь на 1—2 мин только для расплавления смеси. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой в стакан, в который предварительно отмеривают бюреткой 7,4 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>.

В зависимости от массовой доли диоксида кремния отбирают пипеткой аликвотную часть основного раствора объемом 5—25 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Затем раствор разбавляют до объема 55 см<sup>3</sup> раствором серной кислоты 0,14 моль/дм<sup>3</sup>,

приливают 5 см<sup>3</sup> молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем приливают 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>, обмывая стенки колбы, перемешивают, через 2—3 мин приливают при перемешивании 10 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 815 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 620 до 650 нм.

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

Массу диоксида кремния в растворе находят по градуировочному графику.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая приливают из бюретки 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,000025; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,000125 и 0,00015 г диоксида кремния. В каждую колбу приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора-фона II и объем раствора в каждой колбе доводят до 55 см<sup>3</sup> раствором серной кислоты 0,14 моль/дм<sup>3</sup>, приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и далее анализ продолжают, как указано в п. 4.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора кремния.

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

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 V_1}{m V_2} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса диоксида кремния, найденная по градуировочному графику, г;

$V_1$  — объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески глинозема, г;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

5.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 3.



Таблица 3

Массовая доля диоксида кремния, %	Допускаемое расхождение % (абс)	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,012
Св 0,03 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,20 »	0,03	0,04

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	4	ГОСТ 9428—73	4
ГОСТ 3760—79	4	ГОСТ 9656—75	4
ГОСТ 3765—78	4	ГОСТ 25389—93	2
ГОСТ 4199—76	4	ГОСТ 25542.0—93	2
ГОСТ 4204—77	4	ГОСТ 27798—93	2
ГОСТ 4461—77	4	ГОСТ Р 50332.1—92	2; 4.1.1
ГОСТ 5817—77	4		

Редактор *М. И. Максимова*  
 Технический редактор *Н. С. Гришанова*  
 Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в наб. 25.05.95. Подп. в печ. 09.08.95. Усл. п. л. 0,58. Усл. кр.-отт. 0,58.  
 Уч.-изд. л. 0,50. Тир. 420 экз. С 2731.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1463  
 ПЛР № 040138

**Изменение № 1 ГОСТ 25542.1—93 Глинозем. Метод определения диоксида кремния**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12.11.98)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3133**

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Раздел 2 изложить в новой редакции:

**«2. Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79	Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 3760—79	Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78	Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4199—76	Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77	Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77	Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5817—77	Кислота винная. Технические условия
ГОСТ 9428—73	Кремний (IV) оксид. Технические условия
ГОСТ 9656—75	Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 23201.3—94	Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.
ГОСТ Р 50332.1—92	Глинозем. Подготовка пробы к испытанию
ГОСТ 25389—93	Глинозем. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 25542.0—93	Глинозем. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 27798—93	Глинозем. Отбор и подготовка проб»

Стандарт дополнить разделом — 2а:

**«2а. Общие требования**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25542.0».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

**«3. Сущность метода**

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании при рН 0,85—0,95 желтой кремнемолибденовой гетерополиокислоты, восстановлении ее аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности раствора при длине волны 815 нм или в области светопропускания от 620 до 650 нм».

Раздел «4. Аппаратура и реактивы». Заменить номер: 4 на 4а.

третий — пятый абзацы изложить в новой редакции:

«Печи электрические, обеспечивающие температуру нагрева (400±50) °С и от 1000 до 1025 °С.

рН-метр или иономер.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр»;

четырнадцатый, пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с концентрацией эквивалента 8 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с концентрацией эквивалента 8 и 0,14 моль/дм<sup>3</sup>»;

двадцать второй абзац. Заменить слова: «Раствор Б» на «Раствор В».

Пункт 4.1. Заменить слова: «азотной кислотой» на «с использованием азотной кислоты».

Пункт 4.1.1. Таблица 1. Графа «Объем воды». Заменить значение: 5 на 25;

таблицу 2 дополнить графой:

---

*Объем раствора-фона I, см<sup>3</sup>*

---

0

15

25

второй абзац. Заменить слова: «Раствор разбавляют водой до объема 50 см<sup>3</sup>» на «В стакан».

Пункт 4.1.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Из того же раствора пробы вновь отбирают аликвотную часть согласно таблицам 1 и 2 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>,

добавляют раствор азотной кислоты или аммиака в количестве, определенном в п. 4.1.1, разбавляют при необходимости водой до 60 см<sup>3</sup> и добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают и оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С. Затем к раствору добавляют 5 см<sup>3</sup> винной кислоты, 22 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают;

второй абзац дополнить словами: «проведенный через все стадии анализа».

Пункт 4.2. Заменить слова: «серной кислотой» на «с использованием серной кислоты».

Пункт 4.2.1. Пятый абзац после слов «вместимостью 100 см<sup>3</sup>» дополнить словами: «Если на определение отобрано менее 25 см<sup>3</sup> раствора, то к нему добавляют раствор-фон II до объема 25 см<sup>3</sup>».

Пункт 5.2 после слов «Допускаемые расхождения» дополнить словами: «наибольшего и наименьшего».

(ИУС № 8 1999 г.)