

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**Методы определения содержания двуокиси кремния**

Dolomite for glass industry.
Methods for the determination
of dioxide silicium content

ГОСТ
23673.4—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 мая 1979 г. № 1946 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на доломит, предназначенный для стекольной промышленности, и устанавливает весовой и фотоколориметрические методы определения содержания двуокиси кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23673.0—79.

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ В НЕРАСТВОРИМОМ ОСТАТКЕ**2.1. Аппаратура и реактивы**

2.1.1. Для проведения анализа применяют:
печь муфельную лабораторную с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1000—1100°C;
тигли платиновые № 100—8 по ГОСТ 6563—75;
крышки платиновые № 101—8 по ГОСТ 6563—75;
чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563—75;
баню воздушную или песчаную;
эксикатор по ГОСТ 6371—73,
кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Фильтр с осадком, полученным по ГОСТ 23673.1—79, помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платино-

вый тигель, подсушивают и прокаливают при 1000—1100°C в течение 30—40 мин. Тигель с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

2.2.2. К прокаленному осадку добавляют 1—2 капли воды, несколько капель серной кислоты, 5—7 мл фтористоводородной кислоты и выпаривают на воздушной или песчаной бане досуха. Затем снова прокаливают при 1000—1100°C в течение 20—30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с нерастворимым остатком, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки смесью серной и фтористоводородной кислот, г;

m — масса навески доломита, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,1%.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКСИ КРЕМНИЯ В ФИЛЬТРАТЕ

Метод основан на образовании синего кремнемолибденового комплексного соединения и фотометрировании окрашенного раствора.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоколориметр типов ФЭК-60, ФЭК-56 и ФЭК-Н-57;

тигли платиновые № 100—8 по ГОСТ 6563—75;

крышки платиновые № 101—8 по ГОСТ 6563—75;

чашки платиновые № 118—3 по ГОСТ 6563—75;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

двуокись кремния по ГОСТ 9428—73;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный раствор;

твор;

аскорбиновую кислоту по ГОСТ 4815—76, 5%-ный раствор (свежеприготовленный);

соль Мора по ГОСТ 4208—72, 4%-ный раствор;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

смесь восстановительную, приготовленную следующим образом: смешивают равные объемы соли Мора и аскорбиновой кислоты, смесь хранят в темном месте не более 7—10 сут. Потемневший раствор к употреблению не годен;

стандартный раствор кремниевокислого натрия, приготовленный следующим образом: навеску 0,0500 г тонко растертой двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 3—4 г безводного углекислого натрия. Расплав выщелачивают водой и полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают. После перемешивания раствор переносят в полиэтиленовую посуду. Приготавливают 2—3 таких раствора.

1 мл стандартного раствора содержит 0,0005 г двуокиси кремния.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. От фильтрата, полученного по ГОСТ 23673.1—79, в мерную колбу вместимостью 100 мл пипеткой отбирают аликвотную часть объемом 25 мл, добавляют 4 мл молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин для образования желтого кремнемолибденовокислого комплексного соединения. К полученному раствору приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 мл раствора смеси восстановителей. При этом образуется раствор молибденовой сини, который доливают водой и перемешивают.

3.2.2. Параллельно с анализом проводят контрольный опыт: к 20 мл воды приливают 5 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты и далее химические реактивы, как указано в п. 3.2.1.

3.2.3. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 630 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 3 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание двуокиси кремния.

3.2.4. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 100 мл отмеривают микробюреткой 0; 0,1; 0,2; 0,5; 0,75 и 1,0 мл стандартного раствора двуокиси кремния, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00025; 0,000375 и 0,0005 г двуокиси кремния. В каждую колбу приливают по 10 мл воды, 5 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты, 4 мл раствора молибденовокислого аммония и выдерживают смесь в течение 10 мин. Затем приливают по 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 мл раствора смеси восстановителей, при этом образуется раствор молибденовой сини. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность на электрофотоколориметре, как указано в п. 3.2.3

В качестве раствора сравнения применяют раствор, приготовленный, как указано в п. 3.2.2.

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

По полученным средним значениям оптической плотности и известным содержаниям двуокиси кремния строят градуировочный график.

Градуировочный график необходимо периодически проверять (один раз в 3 месяца).

3.3. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

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

V — общий объем анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески доломита, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,1%.

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

$$X_2 = X + X_1,$$

где X — массовая доля двуокиси кремния, находящаяся в нерастворимом остатке, %;

X_1 — массовая доля двуокиси кремния, содержащаяся в фильтрате, %.

Изменение № 1 ГОСТ 23673 4—79 Доломит для стекольной промышленности
Методы определения содержания двуокси кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.09.85
№ 3038 срок введения установлен

с 01 04 86

Наименование стандарта Исключить слово «содержание», content».
Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5720

(Продолжение см с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673.4—79)

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

Вводная часть, разделы 2 (наименование), 3 (наименование). Исключить слово: «содержания».

Пункт 2.1.1. Седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 23932—79.

(ИУС № 12 1985 г.)

**Изменение № 2 ГОСТ 23673.4—79 Доломит для стекольной промышленности.
Метод определения двуокиси кремния**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 06.12.90 № 3058**

Дата введения 01.07.91

Пункт 2.1 Седьмой абзац Заменить ссылку ГОСТ 23932—79 на ГОСТ
25336—82

(Продолжение см с. 32)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673.4—79)

Пункт 3.1.1. Девятый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «аскорбиновую кислоту по нормативно-технической документации, раствор с массовой долей 5 % (свежеприготовленный)»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «4 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 4 %».

(ИУС № 3 1961 г.)