

**ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ
БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ**

Методы определения диоксида кремния

**ГОСТ
20300.2—90**

Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of silicon dioxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и фотоколориметрический методы определения диоксида кремния (при массовой доле диоксида кремния не более 16 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20300.1.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на разложении пробы спеканием с безводным углекислым натрием и обезвоживании кремниевой кислоты в сернокислой среде.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Крышка платиновая № 101—8 по ГОСТ 6563.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (1200 ± 50) °С.

Электроплитка бытовая с закрытой спиралью.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) марки ос. ч. по нормативно-технической документации.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 5:95.

2.3. Проведение анализа

Навеску огнеупора массой 0,2000 г помещают в прокаленный и взвешенный платиновый тигель, перемешивают с 0,7 г безводного углекислого натрия и спекают в муфельной печи при температуре (1100 ± 50) °С.

Выдерживают тигель с расплавом при этой температуре 1,5—2 ч. Охлажденный спек переносят в фарфоровую чашку и обрабатывают 15—20 см³ горячей воды. Платиновый тигель и крышку обрабатывают 3—5 см³ соляной кислоты, добавляя ее осторожно к содержимому чашки, покрытой часовым стеклом. Затем к содержимому чашки приливают 5 см³ серной кислоты и выпаривают раствор на водяной бане до сиропообразного состояния. Чашку закрывают часовым стеклом, ставят на электроплитку и нагревают до начала выделения паров серной кислоты. В слегка охлажденный раствор осторожно, по каплям, через носик чашки приливают 15—20 см³ холодной воды, нагревают раствор до кипения, затем, обмывая часовое стекло и края чашки, доводят объем в чашке до 50—70 см³. Перемешивают содержимое чашки стеклянной палочкой, дают отстояться основной массе осадка и фильтруют раствор через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 250 см³.

С. 2 ГОСТ 20300.2—90

Промывают осадок в чашке декантацией 1—2 раза теплым раствором соляной кислоты, разбавленной 5:95, а затем переносят количественно осадок на фильтр и промывают этим же раствором 6—8 раз. Фильтр с осадком переносят в платиновый тигель и прокалывают в муфельной печи при температуре (1100 ± 50) °С до постоянной массы. Осадок с тиглем взвешивают. Затем осадок в тигле увлажняют несколькими каплями воды, приливают 1—2 капли серной кислоты и 5—7 см³ фтористоводородной кислоты. Содержание тигля выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты.

Осадок в тигле прокалывают в муфельной печи при температуре (1100 ± 50) °С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают, а затем сплавляют с 1—2 г пиросульфата калия при температуре 700—800 °С. Сплав после охлаждения растворяют в горячей воде, подкисленной серной кислотой. Полученный раствор присоединяют к фильтрату в мерной колбе вместимостью 250 см³. Фильтрат в мерной колбе вместимостью 250 см³ доводят водой до метки и используют для определения диоксида циркония, оксида титана и оксида железа.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса прокаленного тигля с осадком диоксида кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

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

m — масса пробы, г.

2.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,20 %. Оценка границ случайной составляющей погрешности результата анализа составляет $\pm 0,3$ %.

Метод применяют при разногласиях в оценке качества.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на разложении пробы сплавлением со смесью карбоната и тетрабората натрия, растворении сплава в растворе серной кислоты и определении диоксида кремния фотоколориметрически по синей окраске восстановленного кремнемолибденового комплекса.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигель платиновый № 100—8 по ГОСТ 6563.

Крышка платиновая № 101—8 по ГОСТ 6563.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (1200 ± 50) °С.

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 по НТД.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и 0,5 М раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 5 %.

Диоксид кремния по ГОСТ 25543.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 5 %.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с массовой долей 4 %.

Бумага конго красная.

3.3. Подготовка к анализу

Смесь восстановителей приготавливают, смешивая равные объемы раствора соли Мора и раствора аскорбиновой кислоты. Смесь хранят в темном месте не более 7—10 сут.

Приготовление стандартного раствора, содержащего в 1 см³ раствора 0,25 мг диоксида кремния: навеску 0,0625 г тонко растертого диоксида кремния сплавляют в платиновом тигле с восьмикратным количеством безводного углекислого натрия. Расплав выщелачивают водой, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. После перемешивания раствор переносят в полиэтиленовую посуду.