

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ****Методы определения двуокиси кремния****ГОСТ 18262.5—88**

Титаномагнетитовые руды, поливанадийные концентраты, агломераты и окатыши

Methods for determination of silicon dioxide

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, концентраты, агломераты и окатыши железованадиевые и устанавливает гравиметрический метод определения двуокиси кремния при массовой доле от 1 до 40 % и фотометрический метод при массовой доле от 1 до 10 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам по ГОСТ 18262.0.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на выделении кремниевой кислоты в присутствии желатина из солянокислого раствора с добавлением перекиси водорода для предотвращения гидролиза титана.

2.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1100 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Эксикатор по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932.

Кальций хлористый, прокаленный при 700—800 °С, для заполнения эксикатора.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:50.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор массовой концентрации 10 г/дм³: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30—40 см³ воды и выдерживают в течение 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая палочкой. Затем стакан с содержимым помещают в воду, нагретую до 60—

70 °С, и при перемешивании нагревают до растворения желатина, после чего доливают водой до объема 100 см³ и вновь перемешивают.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, прибавляют 0,7 г углекислого натрия, тщательно перемешивают и спекают смесь при 950—1000 °С в течение 20—40 мин. Тигель со спеком охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного растворения спека. Тигель вынимают из стакана и обмывают его минимальным количеством воды. К раствору прибавляют 1 см³ перекиси водорода и выпаривают до влажных солей. Затем приливают 5—10 см³ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода, нагревают до 50—60 °С, приливают 10 см³ раствора желатина, перемешивают в течение 2—3 мин и оставляют на 10—15 мин для полной коагуляции осадка кремниевой кислоты. К раствору приливают 40—50 см³ теплой воды, 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают и дают отстояться осадку в течение 2—3 мин. Затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок кремниевой кислоты количественно переносят на фильтр и промывают фильтр с осадком 6—7 раз теплой соляной кислотой, разбавленной 1:50, затем 5—6 раз теплой водой.

2.2.2. При возникновении разногласий в оценке качества руды, концентрата, агломерата или окатышей по показателю «массовая доля двуокиси кремния» проводят повторное выделение двуокиси кремния.

К фильтрату приливают 10—15 см³ азотной кислоты, нагревают до кипения и выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 10 см³ соляной кислоты, 1 см³ перекиси водорода и вновь выпаривают до влажных солей. Выпаривание с соляной кислотой повторяют. Приливают 5 см³ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода, нагревают до 50—60 °С, приливают 10 см³ раствора желатина и далее анализ продолжают, как указано в п. 2.2.1.

2.2.3. Фильтры с осадками помещают в платиновый тигель, высушивают, озолняют и прокаливают при 1000—1100 °С в течение 1—1,5 ч. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Осадок в тигле осторожно смачивают водой, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты (в зависимости от содержания двуокиси кремния) и выпаривают до удаления паров серного ангидрида. Затем прокаливают тигель с остатком при 1000—1100 °С в течение 10—20 мин, охлаждают в экскаторе и взвешивают.

2.2.4. Для внесения поправки на содержание двуокиси кремния в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт

2.2.5. Фильтрат после выделения двуокиси кремния можно использовать для определения окиси кальция и окиси магния по ГОСТ 18262.7. Для этого остаток после обработки фтористоводородной кислотой, полученный по п. 2.2.3, доплавляют с 1 г пиро-сернокислого калия при 650—700 °С. Плав выщелачивают в 40 см горячей соляной кислоты, разбавленной 1:4, и раствор присоединяют к фильтрату, полученному по пп. 2.2.1 или 2.2.2.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю двуокиси кремния (X_{SiO_2}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{SiO}_2} = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \cdot 100.$$

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

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

m_3 — масса тигля с осадком двуокиси кремния в контрольном опыте до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески высущенной пробы, г.

m_4 — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки фтористоводородной кислотой, г.

2.3.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1 до 2 включ	0,1
Св 2 » 5 »	0,2
» 5 » 10 »	0,25
» 10 » 20 »	0,4
» 20 » 40 »	0,5

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой кислоты при pH 1,0—1,5 с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой или восстановительной смесью в растворе серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 1,4—3,0 моль/дм³.

до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Влияние фосфора и мышьяка при повышении концентрации серной кислоты в растворе устраняется.

3.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000 °С.

Сне трофотометр или фотодиэлектроколориметр (абсорбциометр).

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Тигли железные, не содержащие двуокиси кремния, или стеклоуглеродные.

Натрия перекись.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый нагрий постепенно нагревают до 400 °С и прокаливают при указанной температуре в течение 2 ч.

Железа окись.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Смесь для сплавления: тщательно перемешивают измельченные углекислый натрий и обезвоженный тетраборнокислый натрий в соотношении 4:1. Для сплавления 1 роб, содержащих более 3 % двуокиси титана, 15 частей смеси для сплавления смешивают с одной частью окиси железа. Смесь хранят в закрытой банке.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:7.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3, и раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,22 моль/дм³ (6 см³ кислоты на 1 дм³ воды).

Кислота аскорбиновая, раствор 10 массовой концентрации г/дм³, свежеприготовленный.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Смесь восстановительная 2 г аскорбиновой кислоты и 20 г щавелевой кислоты растворяют в воде, приливают 8 см³ серной кислоты, перемешивают, доливают водой до 1 дм³ и снова перемешивают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 3 %-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 раствор массовой концентрации 10 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 массовой концентрации г/дм³.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: 0,1 г двуокиси кремния, прокаленной при 1000—1050 °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 1 г углекислого натрия. Плав растворяют в горячей воде, приливают 10 см³ раствора гидроокиси нагрия, переливают в мерную