

**МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛУРОДНЫЕ**

Метод определения массовой доли диоксида  
кремния

Non-metallic ore materials.  
Method for determination of silica mass fraction

**ГОСТ**  
**26318.2—84**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86  
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошлатовые и кварцполевошлатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает дифференциальный фотометрический метод определения массовой доли диоксида кремния.

Метод основан на образовании синего восстановленного кремнемолибденового комплекса, оптическая плотность которого измеряется методом дифференциальной фотометрии.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу определения массовой доли диоксида кремния — по ГОСТ 26318.0—84.

1.2. Допускается использовать гравиметрический метод определения диоксида кремния по ГОСТ 2642.3—81.

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли диоксида кремния определение проводят фотометрическим методом.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ**

2.1. Для проведения анализа применяют:  
фотоэлектроколориметр;  
мешалку магнитную;  
печь муфельную, обеспечивающую нагрев до 950 °С;  
чашки или тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563—75;

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3;  
 кислоту винную по ГОСТ 5817—77, раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>;  
 кислоту аскорбиновую;  
 аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>;  
 натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931—74, раствор концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>;  
 натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77;  
 метод марки А по ГОСТ 25664—83;  
 стандартный образец материала, близкий по химическому составу к анализируемому.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление растворов для восстановления

3.1.1. Кислотный восстановительный раствор готовят растворением 15 г винной и 1 г аскорбиновой кислот в 30—40 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Для анализа используют свежеприготовленный раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.2. Метол-сульфитный восстановительный раствор (применяемый при отсутствии аскорбиновой кислоты) готовят растворением 13 г сернистокислого натрия и 20 г метола в 50—60 см<sup>3</sup> воды при 40—50 °С. Раствор фильтруют, охлаждают и доливают до 1 дм<sup>3</sup> водой. Срок хранения раствора в склянке из темного стекла 8—10 сут. Раствор рекомендуется готовить небольшими порциями.

3.2. Приготовление растворов для построения градуировочного графика с применением стандартного образца, например, КПШТМ 0,2—2 № 3282—85.

В платиновые чашки или тигли помещают навески стандартного образца с массовой долей диоксида кремния 73,5 % массой 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,10; 0,11; 0,12 и 0,13 г, в которых масса диоксида кремния соответственно равна 44,1; 51,5; 58,8; 66,2; 73,5; 80,9; 88,2 и 95,6 мг.

К каждой навеске прибавляют по 1,5 г смеси для сплавления 1 по ГОСТ 26318.1—84, тщательно перемешивают и сплавляют при 900—950 °С 15 мин.

Чашки (тигли) с плавом помещают в стаканы вместимостью 150—200 см<sup>3</sup>, приливают по 150 см<sup>3</sup> горячей воды, по 50 см<sup>3</sup> разбавленной 1:3 соляной кислоты и растворяют на магнитной мешалке. Растворы количественно переносят в мерные колбы вме-

стимостью 500 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Полученные растворы устойчивы в течение 2 мес.

### 3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят по 10 см<sup>3</sup> от каждого раствора стандартного образца, приливают по 50—60 см<sup>3</sup> воды, по 5 см<sup>3</sup> молибденовокислого аммония и перемешивают. При отсутствии молибденовокислого аммония приливают по 5 см<sup>3</sup> молибденовокислого натрия. Через 10—20 мин приливают по 10 см<sup>3</sup> кислотного восстановительного раствора, доливают до метки водой и перемешивают.

При использовании метол-сульфитного восстановительного раствора через 10-20 мин после введения молибденовокислого аммония (или молибденовокислого натрия) к растворам добавляют сначала по 50 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, а затем по 20 см<sup>3</sup> метол-сульфитного восстановительного раствора, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 30 мин фотометрируют растворы, применяя красный светофильтр (600—700 нм) и кюветы с толщиной слоя 5 мм.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 44,1 мг диоксида кремния. При анализе проб с массовой долей диоксида кремния более 75 % в качестве раствора сравнения следует взять раствор, содержащий 73,5 мг диоксида кремния.

По данным оптических плотностей и соответствующим им концентрациям диоксида кремния строят градуировочный график.

3.2, 3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для определения диоксида кремния в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора 1 по ГОСТ 26318.1—84. Затем в колбу вводят все реактивы, как при построении градуировочного графика, доводят до метки водой, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность полученного раствора. Раствором сравнения является тот же раствор, что и при построении градуировочного графика.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание диоксида кремния, мг.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

$m$  — масса навески, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений для всего диапазона содержаний диоксида кремния 20—70 %  $R_{\text{max}} = 0,6$  %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20543.2—75 и ГОСТ 14328.1—77

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 195—77	2.1
ГОСТ 2642.3—86	1.2
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3765—78	2.1
ГОСТ 5917—77	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 10931—74	2.1
ГОСТ 25664—83	2.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242

6. Переиздание (май 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1986 г., октябре 1990 г. (ИУС 1—87, 4—91)