

**Изменение № 2 ГОСТ 2642.3—81 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси кремния**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.04.85 № 1209 срок введения установлен**

**с 01.01.86**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначение: (СТ СЭВ 4545—84).

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «Настоящий стандарт не распространяется на огнеупорные материалы и изделия, содержащие бескислородные соединения кремния, например, карбид кремния»;

второй абзац дополнить словами: «и СТ СЭВ 4545—84».

Стандарт дополнить разделами — 9, 10: «9. Гравиметрический и фотометрический методы определения двуокиси кремния в кремнеземистых материалах и изделиях при ее массовой доле 80 % и более

9.1. Определение двуокиси кремния в кремнеземистых огнеупорных материалах и изделиях при массовой доле ее 80 % и более выполняют по ГОСТ 2642.3—81, разд. 8.

9.2. Определение оставшейся в растворе двуокиси кремния — фотометрическим методом.

**9.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 28 см<sup>3</sup> азотной кислоты разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., раствор с массовой концентрацией, равной 10 %.

10 г кристаллического молибденовокислого аммония растворяют в 50—60 см<sup>3</sup> воды, нагревают до 1000 °С, охлаждают и добавляют аммиак до установления рН 7,5 по универсальной индикаторной бумаге.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией, равной 10 %.

Натрий серноокислый по ГОСТ 429—76.

Натрий пироксерноокислый по ГОСТ 10575—76.

Кислота 1-амино-2-нафтол-4-сульфоновая.

Восстановительный раствор готовят следующим образом: 0,15 г 1-амино-2-нафтол-4-сульфоновой кислоты, 0,7 г серноокислого натрия и 9 г пироксерноокислого натрия растворяют в небольшом количестве воды (30 см<sup>3</sup>) при интенсивном помешивании и слабом нагревании до 50 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор устойчив в течение трех суток.

Стандартный раствор двуокиси кремния, 1 см<sup>3</sup> содержит 0,000010 г двуокиси кремния. Готовят разбавлением раствора, полученного по ГОСТ 2642.3—81, разд. 2.

(Продолжение см. с. 160)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.3—81)

9.2.2. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой аликвотную часть 25—50 см<sup>3</sup> исходного раствора, полученного после отделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—81, разд. 8, добавляют 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавляют водой до 80 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и выдерживают 15 мин при комнатной температуре. Затем в раствор желтого цвета прибавляют 4,0 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 5,0 см<sup>3</sup> азотной кислоты, перемешивают и добавляют 1,0 см<sup>3</sup> восстановительного раствора. Содержимое колбы доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора синей окраски при длине волны 800—820 нм (красный светофильтр), пользуясь соответствующими кюветами.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Количество двуокиси кремния находят по градуировочному графику.

9.2.3. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеряют 1,0; 5,0; 9,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см<sup>3</sup> разбавленного стандартного раствора двуокиси кремния.

Во все колбы доливают воды до 50 см<sup>3</sup> и подкисляют 6 см<sup>3</sup> раствора хлорноводородной кислоты. Добавляют 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты и далее поступают как описано выше. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям двуокиси кремния строят градуировочный график.

9.2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю двуокиси кремния  $X_7$  в процентах, оставшейся в растворе, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \cdot 100,$$

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

$m$  — масса навески пробы, г;

$V$  — общий объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

9.2.5. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля двуокиси кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,5 включ.	0,03
Св. 0,5 до 2,0 »	0,06

(Продолжение см. с. 161)

**10. Гравиметрический метод определения двуокиси кремния в огнеупорных материалах и изделиях при массовой доле ее свыше 97 %**

**10.1. Сущность метода**

Метод основан на разложении навески пробы азотной и фтористоводородной кислотами. По разности масс навески пробы и остатка после разложения вычисляют массовую долю двуокиси кремния.

**10.2. Реактивы и растворы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой долей 40 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Калий пиросерникоксидный.

**10.3. Проведение анализа**

10.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают во взвешенный платиновый тигель, увлажняют 2 см<sup>3</sup> воды, добавляют 3 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 15 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают на песчаной бане до образования влажных солей. После этого добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают на песчаной бане досуха. Далее добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривание досуха повторяют 3 раза. Затем содержимое тигля прокаливают на горел-

(Продолжение см. с. 162)

ке при температуре  $(950 \pm 50)$  °С до постоянной массы. Тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

10.3.2. Остаток в тигле после удаления двуокиси кремния медленно сплавляют с пиросульфатом калия. После полного сплавления плав растворяют в стакане в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор в качестве исходного применяют для определения других компонентов.

#### 10.4. Обработка результатов

10.4.1. Массовую долю двуокиси кремния ( $X_8$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 - \Delta m,$$

где  $m_1$  — масса прокаленного остатка после обработки азотной кислотой и раствором фтористоводородной кислоты, г;

$\Delta m$  — потеря массы при прокаливании, %;

$m$  — масса навески пробы, г.

10.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,5 %.

(ИУС № 7 1985 г.)

---