

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Метод определения полуторных окислов

Fluorite. Method for the determination
of sesquioxidesГОСТ
7619.5—81Взамен
ГОСТ 7619.5—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1195 срок действия установлен

снят с официального срока действия с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавленый шпат и устанавливает гравиметрический метод определения содержания полуторных окислов при массовой доле от 0,1 до 5 %.

Метод основан на осаждении полуторных окислов уротропином после отделения сульфата бария и окисления железа в растворе, полученном после обработки навески серной и фтористоводородной кислотами и сплавления остатка с углекислым калием-натрием. Осадок полуторных окислов прокаливают при 900—1000 °С до постоянной массы и взвешивают.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 7619.0—81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

печь электрическую муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С;

термопару термоэлектрическую хромель-алюмелевую ТХА по ГОСТ 6616—74;

чашки платиновые по ГОСТ 6563—75;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1 и 1:4;
кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10784—78;

калий-натрий углекислый, безводный по ГОСТ 4332—76;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76;

метиловый красный (4-диметиламиноазобензол-2 карбоновая кислота) по ГОСТ 5853—51, 0,1 %-ный спиртовой раствор;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 г/дм³,
нейтрализованный аммиаком до пожелтения индикатора метилового красного;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;

уротропин (гексаметилентетрамин) по ГОСТ 1381—73, раствор 250 г/дм³;

азотнокислое серебро по ГОСТ 1277—75, 1 %-ный раствор;

бумагу конго.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску плавикового шпата массой 1 г помещают в платиновую чашку, увлажняют 3—4 каплями воды, приливают 3 см³ серной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. Затем содержимое чашки охлаждают, доливают 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до густых паров серной кислоты. Выпаривание с фтористоводородной кислотой повторяют трижды. Остаток охлаждают, обмывают стенки чашки водой, добавляют 2—3 капли серной кислоты и выпаривают досуха.

Далее к содержимому чашки добавляют 10 г калия-натрия углекислого и сплавляют при 850—900 °С в течение 10—15 мин. Плав выщелачивают горячей водой в стакан вместимостью 300 см³, осторожно добавляют 20 см³ соляной кислоты и 3—4 капли пергидроля. Раствор кипятят в течение 5 мин, после чего фильтруют через плотный фильтр в стакан вместимостью 600 см³. Осадок на фильтре промывают горячей водой, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты. Общий объем фильтра и промывных вод должен быть не менее 350—400 см³. Полученный раствор нейтрализуют раствором аммиака до начала покраснения индикаторной бумаги конго. Затем добавляют несколько капель соляной кислоты, разбавленной 1:4, до перехода цвета индикаторной бумаги конго в сиреневый цвет, приливают 15 см³ уротропина и раствор выдерживают в течение 10 мин при температуре около 80 °С, не доводя его до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором азотнокислого аммония до исчезновения реакции на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра, подкисленного азотной кислотой).

Осадок с фильтром помещают во взвешенный платиновый тигель, сушат, озоляют и прокалывают при температуре 900—1000 °С.

в течение 1 ч. После охлаждения в эксикаторе тигли с осадком взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю полуторных окислов (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса полуторных окислов, г;

m — масса навески плавикового шпата, г.

4.2. Расхождение для соответствующего интервала содержания полуторных окислов между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Массовая доля полуторных окислов, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,3	0,1
Св. 0,3 > 1	0,15
> 1 > 3	0,2
> 3 > 5	0,25

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Изменение № 1 ГОСТ 7619.5—81 Шпат плавиковый. Метод определения полуторных окислов

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.86 № 2180 срок введения установлен

с 01.01.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1769.

(ИУС № 10 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 7619.5—81 Шпат плавиковый. Метод определения полуторных окислов

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2164

Дата введения 01.07.92

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность между результатами параллельных определений и результатами анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.5—81)

Массовая доля полоторных связев, %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,30 включ.	0,07	0,10
Св. 0,30 > 1,00 >	0,12	0,15
> 1,00 > 3,00 >	0,15	0,20
> 3,00 > 5,00 >	0,20	0,25

ИУС № 4 1992 г.)