УДК 666.232.91:546.28-31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Метод определения двуокиси кремния

Fluorite. Method for the determination of silicon dioxide content.

ГОСТ 7619.4—81

Взамен ГОСТ 7619.4—72

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

с 01.01. 1982 г. до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает спектрофотометрический метод определения двуокиси кремния при массовой доле от 0,15 до 50 %.

Метод основан на образовании синего кремнемолибденового комплекса при взаимодействии кремниевой кислоты с молибденовокислым аммонием и восстановлении аскорбиновой кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Достоверность получаемых результатов анализа контролируется путем одновременного проведения анализа на двуокись кремния стандартного образца СО флюоритового концентрата № 1822—80 или ему подобного.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра;

тигли железные штампованные или точеные, изготовленные из материала с содержанием кремния не более 0,005 %;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 8, 0,15 н. растворы;

кислоту борную по ГОСТ 9656—75;
натрий перекись;
аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор 50 г/см³;
аскорбиновую кислоту по ГОСТ 4815—76, 1%-ный свежеприготовленный раствор;
желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 1%-ный свежеприготовленный раствор;
фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 0,1 %-ный раствор;
натрий кремнекислый по ГОСТ 4239—77;
стандартные растворы двуокиси кремния:
раствор А с содержанием 1 г/дм³; готовят следующим образом: 4,730 г натрия кремневокислого растворяют в воде и доливают водой до 1 дм³, перемешивают и переводят в полиэтиленовый сосуд.

Содержание двуокиси кремния в 1 см³ стандартного раствора А устанавливают следующим образом: отбирают пипеткой 50 см³ раствора А в стакан вместимостью 300 см³, нейтрализуют соляной кислотой по фенолфталеину и приливают ее в избыток 10 см³, раствор выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 5 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, 10 см³ раствора желатина, 20 см³ горячей воды, перемешивают и оставляют при 50—60°С для коагуляции осадка. Далее осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз горячей водой, фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 1000 °С до постоянной массы.

Содержание двуокиси кремния в 1 см³ раствора А (X) в миллиграммах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{V},$$

где m — масса прокаленного осадка, мг;

V — объем стандартного раствора двуокиси кремния, см³;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 20 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Содержание двуокиси кремния в 1 см³ раствора Б (X_1) в миллиграммах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 20}{500},$$

где X — содержание двуокиси кремния в 1 см³ раствора, мг.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески плавикового шпата и объем аликвотной части раствора в зависимости от массовой доли двуокиси кремния в плавиковом шпате указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля двуокиси кремния, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,5 до 1	1	10
Св. 1 » 2	1	5
» 2 » 3	0,5	10
» 3 » 5	0,5	5
» 5 » 10	0,25	5
» 10 » 20	0,2	5
» 20 » 30	0,2	2
» 30 » 50	0,1	2

3.2. Навеску плавикового шпата помещают в железный тигель, перемешивают с пятикратным количеством перекиси натрия и сплавляют при 650—700 °С в течение 10—15 мин.

Тигель очищают от окалины и теплым помещают в стеклянный стакан вместимостью 400 см³. В стакан осторожно приливают 75—100 см³ теплой воды и закрывают часовым стеклом. После растворения плава тигель ополаскивают водой, раствор немедленно нейтрализуют концентрированной соляной кислотой и добавляют ее в избыток 15 см³. В горячий раствор насыпают 1—2 г борной кислоты. Закончив растворение плава и нейтрализацию раствора одной навески, приступают к растворению плава и нейтрализации раствора следующей навески.

Растворы охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин отбирают аликвотную часть раствора, указанную в табл. 1, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем аликвотной части раствора доводят до 15 см³ 0,15 н. раствором серной кислоты, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, через 10 мин приливают при перемешивании 30 см³ 8 н. раствора серной кислоты, через 2—3 мин 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 597 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. По величине оптической плотности испытуемого раствора находят содержание двуокиси кремния по градуировочному графику.

3.3. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см³ отмеривают бюреткой 1; 2; 4; 6; 8; 10; 12 см³ стандартного раствора Б. В восьмую колбу стандартный раствор не отмеривают.

В каждую колбу приливают по две капли раствора фенолфталеина, нейтрализуют растворы 0,15 н. раствором серной кислоты, затем доливают водой до 15 см³, приливают по 0,3 см³ 8 н. раствора серной кислоты и по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. Через 10 мин приливают при помешивании 30 см³ 8 н. раствора серной кислоты и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы, который не содержит стандартный раствор двуокиси кремния.

По полученным значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям двуокиси кремния строят градуировочный график.

Правильность построения градуировочного графика проверяют по стандартному образцу флюоритового концентрата.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — количество двуокиси кремния, определенное по градуировочному графику, мг;

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см³;

V_1 — объем аликвотной части испытуемого раствора, см³;

m — масса навески плавикового шпата, г.

4.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,15 до 0,5	0,05
Св. 0,5 » 1,5	0,1
» 1,5 » 3	0,15
» 3 » 5	0,2
» 5 » 10	0,25
» 10 » 30	0,4
» 30 » 50	0,6

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 7619.4—81 Шпат плавиковый. Метод определения двуокиси кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.88 № 2180 срок введения установлен

с 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1769.

(Продолжение см. с. 48)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.4—81)

По всему тексту стандарта заменить значения концентрации раствора серной кислоты: 8 н. на 4 моль/дм³; 0,15 н. на 0,075 моль/дм³.

Пункт 2.1 дополнить абзацем (после первого): «печь муфельная по ГОСТ 13474—79 или другая, обеспечивающая температуру нагрева (700±25) °С;

третий абзац изложить в новой редакции: «Тигли стеклоуглеродистые вместимостью 50 см³, марки СУ-2500»;

(Продолжение см. с. 49)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.4—81)

четвертый абзац. Заменить значение: 1:1 на 1:1 и 1:5;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «калий-натрий углекислый, безводный по ГОСТ 4332—76»;

дополнить абзацем (после двенадцатого): «натрий фтористый по ГОСТ 4463—76»

Пункт 3.2. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Навеску плавикового шпата помещают в стеклоуглеродистый тигель, смешивают с 1—2 г борной кислоты, 5 г углекислого калия-натрия для концентратов и 0,6—0,7 г фтористого натрия для остальных продуктов, сплавляют при температуре

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.4—81)

700—750 °С в течение 8—10 мин. (При сплавлении тигли должны находиться в одинаковой зоне нагрева). Охлажденный плав помещают в стакан вместимостью 400—500 см³. Выщелачивают в 90 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:5 (в стакан с плавом приливают 40—45 см³ теплой соляной кислоты, а 45—50 см³ этой кислоты заполняют тигель. Через 2—3 мин содержимое тигля переводят в стакан, обмывая стенки тигля 30—40 см³ воды).

Выщелачивание проводят часто перемешивая растворы до полного растворения плава».

третий абзац. Заменить значение: 30 см³ на 12—15 см³.

(ИУС № 10 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 7619.4—81 Шпат плавиковый Метод определения двуокиси кремния

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

Дата введения 01.07.92

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «а также метод определения двуокиси кремния (см. приложения 1, 2)».

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 табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,15 до 0,50 включ.	0,04	0,05
Св. 0,50 » 1,50 »	0,08	0,10
» 1,50 » 3,00 »	0,12	0,15
» 3,00 » 5,00 »	0,15	0,20
» 5,00 » 10,00 »	0,20	0,25
» 10,00 » 30,0 »	0,3	0,4
» 30,0 » 50,0 »	0,4	0,6

(Продолжение см. с. 52)

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Спектрометрический кремнемолибденовый метод определения диоксида кремния (ИСО 5438—85)

1. Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический кремнемолибденовый метод определения содержания двуокиси кремния в плавиковом шпате, используемом для производства плавиковой кислоты и керамики.

Метод применим к продуктам с содержанием кремнезема, выраженным в виде SiO_2, от 0,05 до 4,0 % (по массе).

2. Ссылки

ГОСТ 7618—83 Концентраты плавиковошпатовые. Технические условия.

3. Сущность метода

Разложение навески пробы сплавлением с углекислым натрием с последующим подкислением соляной кислотой в присутствии борной кислоты для образования фторидного комплекса. Образование молибдокремниевой кислоты и селективное восстановление до синего комплекса молибдокремниевой кислоты с добавлением винной кислоты, чтобы предотвратить мешающее влияние фосфора.

Спектрометрическое измерение окрашенного комплекса при длине волны соответствующей максимальному поглощению (до 795 нм).

4. Реактивы

При выполнении анализа необходимо использовать реактивы только аналитической чистоты и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты. Содержание двуокиси кремния в реактивах должно быть очень низким.

(Продолжение см. с. 53)

4.1. Натрий углекислый безводный.

4.2. Кислота борная, раствор 40 г/дм³.

4.3. Кислота соляная, раствор $c(HCl) = 7$ моль/дм³.

4.4. Кислота серная, раствор $c(1/2\ H_2SO_4) = 7$ моль/дм³.

4.5. Кислота серная, раствор $c(1/2\ H_2SO_4) = 18$ моль/дм³.

4.6. Молибдат, раствор, эквивалентный 55 г молибдена на 1 дм³.

Растворяют 20 г молибденово-кислого аммония $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O]$ в 150 см³ воды и разбавляют до 200 см³. Раствор сохраняют в колбе (п. 5.3) и отбрасывают, если появляется осадок.

4.7. Кислота винная, раствор 100 г/дм³.

4.8. Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм³. Используют свежеприготовленный раствор.

4.9. Силикатный стандартный раствор, соответствующий 500 мг SiO_2 на 1 дм³

В платиновом тигле (п. 5.1) взвешивают с точностью до 0,0002 г 0,250 г двуокиси кремния (SiO_2), полученной при нагревании чистой кремниевой кислоты (H_2SiO_3) и прокаленной при температуре 1000 °С до постоянной массы (т. е. до тех пор, пока два последовательных взвешивания не будут отличаться более чем на 0,001 г), или 0,250 г чистого кварца, мелко истертого и предварительно прокаленного в течение 1 ч при температуре 1000 °С и охлажденного в эксикаторе.

В тигель добавляют 2,5 г углекислого натрия (п. 4.1). Хорошо перемешивают с помощью стеклянной палочки (п. 5.5) и тщательно сплавляют смесь. Непосредственно в тигель добавляют теплую воду, умеренно нагревают до полного растворения и переливают количественно в химический стакан (п. 5.2) соответствующей вместимости. Охлаждают, разбавляют раствор примерно до 400 см³, затем переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ (п. 5.4), добавляют до объема водой и перемешивают. Раствор немедленно переливают в склянку (п. 5.3).

1 см² стандартного раствора содержит 500,0 мкг SiO_2.

4.10. Силикатный стандартный раствор, соответствующий 100 мг SiO_2 на 1 дм³

Помещают 100 см³ стандартного силикатного раствора (п. 4.9) в мерную колбу вместимостью 500 см³ (п. 5.4), доводят до объема водой и перемешивают.

1 см² стандартного раствора содержит 100,0 мкг SiO_2. Используют свежеприготовленный раствор.

4.11. Раствор для разбавления

В химический стакан вместимостью 600 см³ (п. 5.2) помещают 5 г углекислого натрия (п. 4.1) и разбавляют примерно в 300 см³ воды. Добавляют 20 см³ раствора борной кислоты (п. 4.2) и доводят кислотность примерно до pH 2 раствором соляной кислоты (п. 4.3) с контролем по индикаторной бумаге. Разбавляют водой до 500 см³.

Раствор хранят в склянке (п. 5.3).

5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и указанное в пп. 5.1—5.10.

5.1. Тигли платиновые диаметром около 40 мм и глубиной около 30 мм, снабженные платиновыми крышками.

5.2. Стаканы химические из материала, не содержащего кремний, вместимостью 100, 250, 600 и 1000 см³.

5.3. Склянка из материала, не содержащего кремний.

5.4. Колбы мерные из материала, не содержащего кремний.

5.5. Стеклянная палочка для перемешивания из материала, не содержащего кремний.

5.6. Спектрометр с селектором непрерывного излучения с кюветами с толщиной слоя 2 см.

5.7. Спектрометр с селектором прерывистого излучения с теми же кюветами и фильтрами с областью светопропускания 795 нм.

(Продолжение см. с. 54)

Если нет в наличии таких фильтров, используют фильтр, позволяющий работать при длине волны 680 нм, с кюветами с толщиной слоя 4 см.

5.8. pH-метр со стеклянным измерительным электродом и каломельным электродом, с чувствительностью 0,05 единиц pH.

5.9. Электропечь с терморегуляторами, обеспечивающая температуру нагрева до (105±1) °С.

5.10. Ступка и пестик из материала, не содержащего кремний, например, окись алюминия или карбид вольфрама.

6. Проба для анализа

В качестве пробы для испытания должен быть использован остаток, полученный при определении потери массы при температуре 105 °С.

7. Проведение анализа

7.1. Навеска пробы и приготовление анализируемого раствора

Истирают несколько граммов пробы для анализа (разд. 6) с помощью ступки и пестика (п. 5.10) до обеспечения пропускания через сито с размером отверстий 63 мкм (ИСО 565). Измельченный материал высушивают в течение 2 ч в печи (п. 5.9) с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до (105±1) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают в платиновом тигле (п. 5.1) с точностью до 0,0002 г около 0,2 г пробы. Добавляют 4 г углекислого натрия (п. 4.1).

Содержимое перемешивают в тигле стеклянной палочкой (п. 5.5)* и нагревают газовой горелкой сначала слегка, а затем докрасна. После получения прозрачного плава выдерживают при температуре красного каления в течение 5—10 мин. Проверяют, обеспечен ли хороший контакт навески пробы с расплавленным углекислым натрием, периодически перемешивая содержимое путем вращения тигля.

Тигель охлаждают, помещая его в холодную воду, чтобы отделить плав от его стенок. Твердый плав переводят в химический стакан вместимостью 600 см³ (п. 5.2), затем в него оставшиеся частицы в тигле смывают в химический стакан. Добавляют воду в содержимое химического стакана, чтобы довести до общего объема около 200 см³. Химический стакан помещают на водяную баню с кипящей водой, оставляют там на 30 мин, раздавливая кусочки стеклянной палочкой (п. 5.5), выравненной на одном из своих концов. Охлаждают, доводят до объема около 200 см³ водой, добавляют 20 см³ раствора борной кислоты (п. 4.2). Постоянно перемешивая, добавляют раствор соляной кислоты (п. 4.3) до получения pH примерно 2 (по соответствующей индикаторной бумаге). Раствор, который может иметь иногда слегка опалесцирующий вид, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ (п. 5.4), доводят до метки водой и перемешивают.

Если наблюдается белый осадок сульфата бария, его отстаивают перед тем, как продолжить анализ.

7.2. Контрольный опыт

Параллельно с анализом (п. 7.4) и в тех же самых условиях определения проводят контрольный опыт, используя те же количества всех реактивов, но заменяя объем анализируемого раствора равным количеством воды.

7.3. Построение градуировочного графика

7.3.1. *Приготовление стандартных колориметрических растворов для спектрометрических измерений*

В каждый из шести химических стаканов вместимостью 600 см³ (п. 5.2) вводят объемы стандартного силикатного раствора (п. 4.10), указанные в табл. 1.

Добавляют 4 г углекислого натрия (п. 4.1), доводят объем примерно до 300 см³ водой, добавляют 20 см³ раствора борной кислоты (п. 4.3) до установления значения pH примерно 2 (по соответствующей индикаторной бумаге). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ (п. 5.4), доводят до метки водой и перемешивают.

(Продолжение см. с. 55)

Таблица 1

Стандартный силикатный раствор (п. 4.10), $см^3$	Масса SiO_2, соответствующая объему, используемому для измерения, мкг
0*	0
2	8
5	20
10	40
20	25
25	100

* Компенсирующий раствор.

7.3.2. *Предварительный опыт и корректировка pH*

В один из химических стаканов вместимостью 100 $см^3$ переводят 20,0 $см^3$ стандартного колориметрического раствора, содержащего 100,0 мкг SiO_2 (п. 7.3.1). Разбавляют примерно до 60 $см^3$ водой и, постоянно перемешивая, устанавливают pH 1,1 добавлением раствора серной кислоты (п. 4.4).

Записывают использованный объем раствора серной кислоты (п. 4.4) и отбрасывают раствор.

7.3.3. *Цветное окрашивание*

В каждую из шести мерных колб вместимостью 100 $см^3$ (п. 5.4) отмеряют по 20 $см^3$ растворов, полученных в соответствии с п. 7.3.1. Разбавляют примерно до 60 $см^3$ водой. Затем добавляют объем раствора серной кислоты (п. 4.4), использованный в п. 7.3.2, и 10 $см^3$ раствора молибдата (п. 4.6). Перемешивают и оставляют в покое на 15 мин. Добавляют 5 $см^3$ раствора винной кислоты (п. 4.7), перемешивают и оставляют в покое на 5 мин. Затем добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты (п. 4.5) и 2 $см^3$ аскорбиновой кислоты (п. 4.8). Доводят до метки водой, перемешивают и оставляют в покое на 30 мин.

7.3.4. *Спектрометрические измерения*

Выполняют спектрометрические измерения с помощью спектрометра (п. 5.6) при длине волны, соответствующей максимальной абсорбции (примерно 795 нм), или спектрометра (п. 5.7) с соответствующим фильтром после установки прибора на нулевое значение, используя воду в качестве раствора сравнения.

7.3.5. *Построение градуировочного графика*

Вычитают абсорбцию компенсирующего раствора из значений абсорбции каждого стандартного колориметрического раствора. Строят график, нанося, например, на ось абсцисс массы кремния (SiO_2), содержащиеся в колориметрических растворах, в микрограммах, а на ось ординат — соответствующие значения абсорбции.

7.4. Определение

7.4.1. *Предварительный опыт и корректировка pH*

В один из химических стаканов вместимостью 100 $см^3$ (п. 5.2) переводят 20 $см^3$ анализируемого раствора (п. 7.1). Разбавляют примерно до 60 $см^3$ водой и, постоянно перемешивая, регулируют кислотность до pH 1,1 добавлением раствора серной кислоты (п. 4.4).

Записывают использованный объем серной кислоты (п. 4.4) и отбрасывают раствор.

7.4.2. *Цветное окрашивание*

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ (п. 5.4) переводят не более 20 $см^3$ анализируемого раствора (п. 7.1), содержащего не более 100 мкг SiO_2. Если используется количество менее 20 $см^3$, то добавляют раствор для разбавления (п. 4.11), чтобы получить точно общий объем в 20 $см^3$.

(Продолжение см. с. 56)

Разбавляют до 60 см³ водой. Затем добавляют объем раствора серной кислоты (п. 4.4), использованный в п. 7.4.1, и 10 см³ раствора молибдата (п. 4.6). Перемешивают и оставляют в покое 15 мин. Добавляют 5 см³ раствора винной кислоты (п. 4.7), перемешивают и оставляют в покое 5 мин. Затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты (п. 4.5) и 2 см³ аскорбиновой кислоты (п. 4.8). Разбавляют до метки водой, перемешивают и оставляют в покое 30 мин.

7.4.3. *Спектрометрические измерения*

Проводят спектрометрические измерения анализируемого раствора (п. 7.4.2) и раствора контрольного опыта (п. 7.2) в соответствии с методом определения, указанным в п. 7.3.4, после установки прибора на нулевое значение абсорбции, используя в качестве раствора сравнения воду.

8. Выражение результатов

По градуировочному графику (п. 7.3.5) определяют содержание двуокиси кремния (SiO_2), соответствующее абсорбции анализируемого раствора и раствора контрольного опыта.

Массовую долю двуокиси кремния (X) в процентах SiO_2 вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot r_D \cdot 10^4,$$

где m_1 — масса двуокиси кремния (SiO_2), определенная в аликвотной части анализируемого раствора, отобранной для цветного окрашивания, мкг;

m_2 — масса двуокиси кремния (SiO_2), определенная в соответствующей аликвотной части раствора контрольного опыта, мкг;

m_0 — масса навески пробы (п. 7.1), г;

r_D — отношение объема анализируемого раствора к объему аликвотной части, отобранной для цветного окрашивания.

9. Отчет об анализе

Отчет об анализе должен содержать:

идентификацию пробы;

ссылку на использованный метод;

результаты и способ их выражения;

любые особенности, отмеченные во время анализа;

операции, не предусмотренные настоящим стандартом или стандартом, на который дается ссылка, или рассматриваемые как необязательные.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Сравнение результатов, полученных с использованием различных методов

Этот метод был использован для анализа ряда проб плавиковых шпатов, содержание двуокиси кремния в которых было определено гравиметрическим кремнемолибденовым методом (метод лаборатории Леверкузена) и методом Жиффорда.

Результаты приведены в табл. 2.

(Продолжение см. с. 57)

Таблица 2

Проба	Массовая доля двуокиси кремния, %		
	Спектрометрический метод, приведенный в настоящем стандарте	Гравиметрический кремнемолибденовый метод (среднее)	Метод Жиффорда (среднее)
Плавиковые шпаты из сравнительных испытаний ИСО/ТК 47:			
1	1,55; 1,56	1,60	1,5
2	1,27; 1,27	1,24	1,2
3	1,73; 1,80	1,70	—
«Роттлебероде»	1,03; 1,03	0,99	1,0

(Продолжение см. с. 58)

Продолжение табл. 2

Проба	Массовая доля двуокиси кремния, %		
	Спектрометрический метод, приведенный в настоящем стандарте	Гравиметрический кремнемолибденовый метод (среднее)	Метод Жиффорда (среднее)
Плавиковые шпаты из обычных анализов:			
А	0,30; 0,31	0,21	—
В	0,50; 0,51	—	0,5
G	1,09; 1,10	—	1,1
Д	0,17; 0,17	—	0,2
Е	1,68; 1,67	1,66	—

(ИУС № 4 1992 г.)