ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56857— 2016

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Методы измерений массовой доли диоксида кремния

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 февраля 2016 г. № 47-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Характеристики показателей точности измерений 2
4 Гравиметрический метод 2
5 Фотометрический метод 4
6 Обработка результатов измерений 6
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Методы измерений массовой доли диоксида кремния

Copper and complex ores and products of their processing. Methods of silicon dioxide weight fraction measurement

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на медесодержащие и полиметаллические руды и продукты их переработки и устанавливает гравиметрический — в диапазоне от 1,00 % до 62,0 % и фотометрический — в диапазоне от 1,00 % до 32,0 % методы измерений массовой доли диоксида кремния [далее — оксида кремния (IV)].

Общие требования к методам измерений и требования безопасности при выполнении измерений, контролю точности результатов измерений — по ГОСТ 32221, ГОСТ Р 53198, отбор и подготовка проб для измерений — по нормативным документам на конкретную продукцию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4332—76 Реактивы. Калий углекислый-натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9428—73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27067—86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32221—2013 Концентраты медные. Методы анализа

Издание официальное

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода лабораторная для анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53198—2008 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли оксида кремния (IV) соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли оксида кремния (IV) при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли оксида кремния (IV)	Показатель точности ± Δ	Предел (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 1,00 до 2,00 включ.	0,21	0,15	0,30
Св. 2,00 » 4,00 »	0,25	0,20	0,35
» 4,00 » 8,00 »	0,32	0,25	0,45
» 8,00 » 16,00 »	0,43	0,35	0,60
» 16,0 » 32,0 »	0,6	0,5	0,8
» 32,0 » 62,0 »	0,8	0,7	1,1

4 Гравиметрический метод

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1100 °С;
- шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до 110 °С;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С или аналогичную;
- стаканы В-1—150 ТХС, В-1—250 ТХС, В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;

- мензурки и цилиндры по ГОСТ 1770;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- палочки стеклянные с резиновым наконечником;
- щипцы стальные для тиглей;
- стекла часовые.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную в соотношении 1:1, 1:2 и 2:98;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- смесь кислот соляной и азотной в соотношении 3:1, свежеприготовленную;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 или калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- желатин пищевой по ГОСТ 11293, свежеприготовленный раствор массовой концентрации 10 г/дм^3;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

4.2 Метод измерений

Метод основан на осаждении кремниевой кислоты из солянокислого раствора в присутствии желатина и гравиметрическом определении оксида кремния (IV).

4.3 Подготовка к выполнению измерений

При приготовлении раствора желатина массовой концентрации 10 г/дм^3 навеску желатина массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют от 30 до 40 см^3 воды и дают постоять в течение 1 ч, периодически перемешивая стеклянной палочкой. Затем стакан с содержимым помещают в горячую воду и при перемешивании нагревают до растворения желатина. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 100 см^3 и вновь перемешивают.

4.4 Выполнение измерений

Навеску пробы массой от 0,5 до 1,0 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 150 см^3, смачивают водой, приливают 30 см^3 соляной кислоты и нагревают в течение 15 мин. Стакан снимают с плиты и приливают 10 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), накрывают часовым стеклом и выдерживают при комнатной температуре до прекращения бурного выделения оксидов азота. Затем ставят на плиту и нагревают до разложения навески. Стекло снимают, обмывают водой и убирают, а раствор выпаривают досуха. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют еще два раза.

К сухому остатку приливают 10 см^3 соляной кислоты, от 50 до 60 см^3 горячей воды и нагревают до кипения. Раствор фильтруют в стакан вместимостью 400 см^3 через фильтр «синяя лента», в конус которого вложена фильтробумажная масса, промывают три-четыре раза горячим раствором соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:98, затем три-четыре раза горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют фильтр, остаток сплавляют с 3 г углекислого натрия или углекислого калия-натрия при температуре от 1000 °С до 1050 °С до получения однородного подвижного плава.

Плав растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, тигель обмывают водой и присоединяют раствор к первому фильтрату. Объединенный раствор выпаривают до влажных солей. Приливают 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:2, перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником, добавляют 5 см^3 раствора желатина, перемешивают стеклянной палочкой в течение 5 мин, еще раз добавляют 5 см^3 раствора желатина и снова перемешивают в течение 5 мин. После этого приливают от 30 до 40 см^3 горячей воды и оставляют в течение 15—20 мин.

Фильтруют осадок на фильтр «синяя лента» и промывают три-четыре раза горячей соляной кислотой, разбавленной в соотношении 2:98, затем горячей водой до отрицательной реакции промывных вод на ион железа с раствором роданистого аммония и еще три-четыре раза горячей водой. Фильтр с осад-

ком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают осадок в течение 30—40 мин в муфельной печи при температуре от 950 °С до 1000 °С, после чего охлаждают и взвешивают.

Осадок в тигле смачивают водой, приливают восемь—десять капель раствора серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, от 5 до 8 см^3 фтористоводородной кислоты и нагревают до прекращения выделения паров серной кислоты. Содержимое тигля вновь прокаливают в муфельной печи при температуре от 950 °С до 1000 °С в течение 15—20 мин, охлаждают и взвешивают.

Через все стадии анализа для внесения поправки на массу оксида кремния (IV) в реактивах проводят холостой опыт.

5 Фотометрический метод

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- спектрофотометр или фотоколориметр любого типа;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1000 °С;
- колбы мерные 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы тефлоновые, полиэтиленовые;
- пипетки не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- мензурки или цилиндры по ГОСТ 1770;
- тигли железные;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- шпатель платиновый;
- пластмассовую (тефлоновую) палочку (стержень) для перемешивания;
- щипцы стальные для тиглей;
- крышки полиэтиленовые (тефлоновые).

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную в соотношении 1:1, 1:3;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, растворы молярной концентрации эквивалента 0,25 и 4,5 моль/дм^3;
- калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 30 г/дм^3;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- кислоту аскорбиновую по [3], свежеприготовленный раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, прокаленный при температуре 150 °С;
- натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный следующим образом: соль нагревают постепенно до температуры 400 °С и прокаливают в течение 2 ч;
- смесь для сплавления: натрий тетраборнокислый и натрий углекислый смешивают в соотношении 1:2. Смесь хранят в посуде с притертой пробкой;
- перекись натрия по [4];
- кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428;
- растворы диоксида кремния известной концентрации;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

5.2 Метод измерений

Метод основан на образовании комплексного соединения кремнемолибденовой гетерополикислоты, окрашенного в желтый цвет, при уровне pH от 1 до 1,5 с последующим восстановлением его аскорби-

новой кислотой до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Измерение оптической плотности окрашенного раствора при длине волны от 750 до 810 нм.

5.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.1 Для построения градуировочного графика готовят растворы оксида кремния (IV) известной концентрации.

Способ 1

При приготовлении раствора А массовой концентрации оксида кремния (IV) 0,1 мг/см^3 навеску оксида кремния (IV) массой 0,1000 г помещают в платиновый (стеклоуглеродный) тигель, перемешивают платиновым шпателем с 2 г смеси для сплавления и сплавляют при температуре от 1000 °С до 1050 °С в течение 10—15 мин. Тигель охлаждают, опускают в полиэтиленовый стакан и выщелачивают плав в объеме от 100 до 150 см^3 горячей воды (можно оставить на 10—12 ч). После полного выщелачивания плава тигель извлекают из раствора и обмывают водой. Раствор охлаждают, приливают в один прием при перемешивании 70 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3. Далее раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Одновременно с приготовлением раствора А готовят раствор холостого опыта для градуировки.

Способ 2

При приготовлении раствора А массовой концентрации оксида кремния (IV) 0,1 мг/см^3 навеску оксида кремния (IV) массой 0,1000 г помещают в железный тигель, насыпают 3,0 г перекиси натрия и тщательно перемешивают металлическим стержнем. Сверху засыпают тонким слоем перекиси натрия. Сплавляют в муфеле при температуре от 700 °С до 750 °С до получения однородного плава. Затем с помощью железных щипцов тигель вынимают из муфельной печи и охлаждают.

Холодный тигель протирают снаружи влажной салфеткой и обмывают водой, очищая от окалины. Затем помещают тигель в полиэтиленовый (тефлоновый) стакан вместимостью 300 см^3, приливают от 60 до 70 см^3 воды, нагретой до температуры 60 °С—70 °С. Накрывают стакан полиэтиленовой (тефлоновой) крышкой и выдерживают до прекращения бурной реакции и полного выщелачивания плава. После охлаждения тигель вынимают из раствора, тщательно обмывают водой, быстро, в один прием, и при интенсивном перемешивании пластмассовой (тефлоновой) палочкой (стержнем) приливают 20 см^3 соляной кислоты. Далее раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают от 600 до 700 см^3 воды, перемешивают, охлаждают при комнатной температуре, доливают водой до метки и перемешивают.

Одновременно с приготовлением раствора А готовят раствор холостого опыта для градуировки.

Срок хранения раствора три месяца в закрытой полиэтиленовой посуде.

5.3.1.1 При приготовлении раствора Б массовой концентрации оксида кремния (IV) 0,02 мг/см^3 20,0 см^3 раствора А, приготовленного по способу 1 или 2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, перемешивают, доливают водой до метки и вновь перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

5.3.1.2 Одновременно с приготовлением раствора Б готовят раствор холостого опыта для градуировки. Для этого 20,0 см^3 раствора соответствующего холостого опыта для градуировки, приготовленного по способу 1 или 2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, перемешивают, доливают водой до метки и вновь перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

5.3.2 Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб, вместимостью 100 см^3 каждая, отбирают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 раствора Б оксида кремния (IV), что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,08; 0,12; 0,16 и 0,20 мг оксида кремния (IV). Затем доливают до объема максимальной аликвоты 10 см^3 (10,0; 9,0; 8,0; 6,0; 4,0; 2,0 см^3 соответственно) раствором холостого опыта для градуировки. Приливают 30 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,25 моль/дм^3 и 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Перемешивают после добавления каждого реактива и далее продолжают анализ, как описано в 5.4.

Примечание — Концентрации градуировочных растворов носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого прибора, интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочного графика допускается использовать три—семь градуировочных растворов, но не менее трех.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям оксида кремния (IV) строят градуировочный график.

Примечание — Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля оксида кремния (IV) в градуировочном растворе, в процентах (массовую долю оксида кремния (IV) рассчитывают в соответствии с формулой 2).

Допускается строить градуировочный график по стандартным образцам, в которых аттестована массовая доля оксида кремния (IV). Материал стандартных образцов проводят через ход анализа, варьируя массу навески стандартного образца.

5.4 Выполнение измерений

Масса навески пробы и вместимость мерной колбы в зависимости от массовой доли оксида кремния (IV) приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Требования к массе навески и вместимости мерной колбы

Массовая доля оксида кремния (IV), %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, $см^3$
От 1,0 до 4,0 включ.	0,25	500
» 4,0 » 8,0 »	0,2	500
» 8,0 » 32,0 »	0,1	500
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности спектрофотометра, однородности анализируемого материала и т. д.		

Навеску пробы массой от 0,1 до 0,25 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, в зависимости от массовой доли оксида кремния (IV) в соответствии с таблицей 2 помещают в железный тигель и тщательно перемешивают с навеской перекиси натрия массой 3 г. Сверху засыпают тонким слоем перекиси натрия. Сплавляют в муфельной печи при температуре от 700 °С до 750 °С до получения однородного плава. Затем с помощью железных щипцов тигель вынимают из муфельной печи и охлаждают.

Холодный тигель протирают снаружи влажной салфеткой и обмывают водой, очищая от окалины. Затем помещают тигель в полиэтиленовый (тефлоновый) стакан вместимостью 300 $см^3$, приливают от 60 до 70 $см^3$ воды, нагретой до температуры 60 °С—70 °С. Накрывают стакан полиэтиленовой (тефлоновой) крышкой и выдерживают до прекращения бурной реакции и полного выщелачивания плава.

После охлаждения тигель вынимают из раствора, тщательно обмывают водой, быстро, в один прием, и при интенсивном перемешивании пластмассовой (тефлоновой) палочкой (стержнем) приливают 15 $см^3$ соляной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доливают водой до объема от 400 до 450 $см^3$, перемешивают. Раствор охлаждают при комнатной температуре (допускается оставить до следующего дня). Затем доливают водой до метки и перемешивают. Полученный раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата, или дают отстояться до полного оседания окалины на дно колбы.

Одновременно с подготовкой проб готовят растворы холостого опыта.

Из полученного раствора отбирают аликвоту 2,0 или 5,0 $см^3$ (в зависимости от массовой доли оксида кремния (IV)) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Аликвоту 2,0 $см^3$ доливают до объема 5,0 $см^3$ раствором холостого опыта. Затем приливают 30 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,25 моль/$дм^3$ и 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония. Перемешивают после добавления каждого реактива и оставляют раствор на 10—15 мин для образования желтого кремнемолибденового комплекса.

Затем приливают в колбу 15 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 4,5 моль/$дм^3$, по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розово-малиновой окраски и 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты. Раствор разбавляют водой до метки и перемешивают.

Раствор перед измерением выдерживают в течение 10—20 мин. Длину волны и толщину кюветы выбирают таким образом, чтобы оптическая плотность растворов находилась на линейном участке градуировочного графика. Длину волны, при которой измеряют оптическую плотность растворов, выбирают в интервале от 720 до 810 нм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор холостого опыта.

Массу оксида кремния (IV) в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

6 Обработка результатов измерений

6.1 Массовую долю оксида кремния (IV) X, %, при использовании гравиметрического метода вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)100}{m}, \quad (1)$$

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

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

m_3 — масса тигля с осадком холостого опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с осадком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески пробы, г.

6.2 Массовую долю оксида кремния (IV) X_1, %, при использовании фотометрического метода вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \quad (2)$$

где m_1 — масса оксида кремния (IV), найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвоты раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

6.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

6.4 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

6.5 Допускается измерение массовой доли оксида кремния (IV) по ГОСТ 32221.

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-4330709—2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07 — Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

[3] Фармакопейная статья ФС 42-2668—95 — Аскорбиновая кислота фармакопейная

[4] Технические условия ТУ 6-09-2706—79 — Реактивы натрия. Перекись

УДК 622.343-15:546.77.06:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки, раствор, измерение массовой доли оксида кремния (IV), градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *О.А. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.04.2016. Подписано в печать 12.04.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 33 экз. Зак. 1015.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru