ГОСТ 14657.2—96
(ИСО 6607—85)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения диоксида кремния

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение А настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 6607—85 «Алюминиевые руды. Определение содержания общего кремния. Комбинированный и спектрометрический методы»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.2—96 (ИСО 6607—85) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.2—78

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения диоксида кремния

Bauxite. Methods for determination of silica content

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает методы определения кремния:

- комбинированный гравиметрический и фотометрический — при массовой доле диоксида кремния от 1 % до 25 %;
- дифференциальный фотометрический — при массовой доле диоксида кремния от 1,5 % до 10 %;
- фотометрический — при массовой доле диоксида кремния от 1 % до 5 %.

Комбинированный гравиметрический и спектрофотометрический метод по ИСО 6607—85 приведен в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия
ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия
ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Комбинированный гравиметрический и фотометрический метод

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из солянокислого раствора после разложения боксита и определения диоксида кремния по разности масс до и после обработки фтористоводородной кислотой.

Издание официальное

Бокситы гидраргиллитового минералогического состава разлагают смесью кислот, остальные бокситы — спеканием с углекислым натрием или сплавлением со смесью углекислого и тетраборнокислого натрия или пероксидом натрия, или гидроксидом калия.

В фильтрате определяют остаточный диоксид кремния фотометрическим методом, основанным на образовании комплексного соединения кремнемолибденовой гетерополикислоты и восстановлении ее аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини.

Влияние желатина устраняют окислением пероксидом водорода в присутствии железа. Деполимеризацию кремниевой кислоты производят нагреванием раствора с избытком гидроксида натрия.

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Баня водяная.

Тигли платиновые вместимостью 32 $см^3$.

Тигли циркониевые вместимостью 40 $см^3$.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 $см^3$.

Стаканы пластмассовые вместимостью 150 $см^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1:9, 1:39 и с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/$дм^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1, 1:49.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь кислот: 250 $см^3$ серной кислоты осторожно вливают в 1000 $см^3$ воды и после охлаждения приливают 625 $см^3$ соляной кислоты.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 (обезвоженный при 400 °С).

Смесь для сплавления № 1: смешивают углекислый натрий и тетраборнокислый натрий в соотношении 6:1 (по массе).

Смесь для сплавления № 2: смешивают углекислый натрий и тетраборнокислый натрий в соотношении 3:1 (по массе).

Натрия пероксид. Хранят в сухом месте. Применять реактив со следами агломерации не допускается.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 16 %.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 2 %.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, свежеприготовленный раствор с массовой долей 2 %: 2 г желатина помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ со 100 $см^3$ нагретой до 70 °С воды и растворяют желатин при нагревании, не доводя раствор до кипения.

Фенолфталеин, раствор в спирте с массовой долей 0,1 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 1 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы диоксида кремния:

Раствор А: 0,2000 г тонко растертой и предварительно прокаленной 1 ч при температуре 1000 °С двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 5 г безводного углекислого натрия при температуре 900 °С 10—15 мин до получения прозрачного плава. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доливают водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,0002 г диоксида кремния.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А разбавляют водой до метки в колбе вместимостью 500 $см^3$ и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,000004 г диоксида кремния.

Раствор-фон: готовят аналогично приготовлению растворов А и Б, но без диоксида кремния.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 *Разложение пробы*

4.2.1.1 *Разложение пробы сплавлением с углекислым и тетраборнокислым натрием*

Навеску боксита массой 1 г помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 3 г смеси для сплавления № 1 и сплавляют в муфельной печи при температуре 950 °С 20 мин.

После охлаждения тщательно обмывают водой наружные стенки тигля с плавом, помещают его в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30—35 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и нагревают до полного разложения плава. Затем тигель вынимают из стакана, обмывают его водой и содержимое стакана выпаривают на песочной бане до влажных солей (нельзя выпаривать досуха). Далее анализ проводят, как указано в 4.2.2 и 4.2.3.

4.2.1.2 *Разложение пробы спеканием с углекислым натрием*

Навеску боксита массой 1 г помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 1 г углекислого натрия и спекают при 1100 °С 20 мин.

Полученный спек высыпают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30—35 см³ раствора соляной кислоты 1:1.

Остаток спека в тигле растворяют той же кислотой при нагревании, переносят раствор из тигля в стакан, растворяют и выпаривают, как указано в 4.2.1.1 и далее анализ проводят, как указано в 4.2.2 и 4.2.3.

4.2.1.3 *Разложение пробы спеканием с пероксидом натрия*

Навеску боксита массой 1 г помещают в сухой циркониевый тигель, добавляют 10 г пероксида натрия, тщательно перемешивают с помощью сухого металлического шпателя. Помещают тигель в муфельную печь, выдерживают 45 мин при температуре 480—500 °С. Извлекают тигель из печи, нагревают на горелке до расплавления спека (около 30 с). Продолжают нагрев плава 2 мин с перемешиванием круговыми движениями. Затем тщательно обмывают водой наружные стенки тигля с плавом, помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ воды, добавляют 80—85 см² соляной кислоты, растворяют и выпаривают, как указано в 4.2.1.1, и далее проводят анализ как указано в 4.2.2 и 4.2.3.

4.2.1.4 *Разложение пробы сплавлением с гидроксидом калия*

Навеску боксита массой 1 г помещают в тигель из стеклоуглерода, добавляют 7 г гидроксида калия. Содержимое тигля перемешивают и сплавляют в муфельной печи при температуре 500 °С в течение 20 мин.

После охлаждения в тигель наливают воду и плав выщелачивают при нагревании. Содержимое тигля переливают в стакан, содержащий 50 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и 150 см³ воды (содержимое стакана нагрето до кипения). Тщательно смывают стенки тигля водой, раствор присоединяют к основному раствору в стакане.

Наливают в тигель 2—3 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и выдерживают при нагревании несколько минут, чтобы полностью растворить остатки плава, осевшего на стенках тигля. Содержимое тигля вновь переводят в стакан. Раствор перемешивают и нагревают до полного растворения осадка. Содержимое стакана выпаривают на песчаной бане до влажных солей. Далее анализ проводят, как указано в 4.2.2 и 4.2.3.

4.2.1.5 *Разложение пробы смесью кислот*

Навеску боксита массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 60 см³ смеси кислот, 10 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и выпаривают содержимое стакана до выделения серного ангидрида.

Далее анализ проводят, как указано в 4.2.2 и 4.2.3.

4.2.2 *Гравиметрическое определение диоксида кремния*

Стакан с влажными солями, полученными по 4.2.1, снимают с бани, приливают 2 см³ соляной кислоты, перемешивают, добавляют 5 см³ раствора желатина, снова перемешивают и выдерживают раствор 5 мин. Затем добавляют 70—80 см³ горячей воды, перемешивают, нагревают, не доводя до кипения, до полного растворения солей и через 2—3 мин фильтруют раствор через неплотный фильтр. Стенки стакана обмывают водой и промывают осадок на фильтре три-четыре раза горячим раствором соляной кислоты 1:49 и шесть-семь раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют при температуре 500 °С и прокаливают при температуре 1000 °С 40 мин, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до получения постоянной массы.

Осадок диоксида кремния в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 2—3 капли серной кислоты, 5—6 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают на песочной бане досуха.

Остаток прокаливают при температуре не ниже 950 °С 10 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Остаток после определения диоксида кремния сплавляют с 1 г пиросернокислого калия или натрия при 800 °С до получения прозрачного плава или с 1 г смеси для сплавления № 2 при

температуре 1000 °С 5—10 мин. Плав после охлаждения растворяют в горячей воде, подкисленной несколькими каплями соляной кислоты. Раствор присоединяют к фильтрату и промывным водам, полученным после отделения кремниевой кислоты, доводят объем раствора в мерной колбе вместимостью 500 см^3 до метки водой, перемешивают и сохраняют для определения оксида алюминия, оксида железа (III), оксида кальция, оксида магния, диоксида титана, оксида фосфора (V) и оксида галлия.

Одновременно с анализом проводят контрольный опыт.

4.2.3 *Фотометрическое определение остаточного диоксида кремния*

4.2.3.1 От раствора после определения диоксида кремния гравиметрическим методом (4.2.2) отбирают аликвотную часть 10—20 см^3, помещают в коническую колбу вместимостью 150 см^3, разбавляют водой до 30 см^3. Добавляют 2 см^3 раствора хлорного железа, 5 см^3 пероксида водорода, нагревают до кипения и кипятят 10 мин.

После охлаждения раствор переводят в пластмассовый стакан вместимостью 150 см^3, добавляют 1 каплю фенолфталеина, нейтрализуют раствором гидроксида натрия и добавляют 4 см^3 избытка.

Нагревают на водяной бане при температуре 70 °С в течение 15 мин и охлаждают. Нейтрализуют раствором серной кислоты 1:9. Добавляют 7 см^3 раствора серной кислоты 1:39. С помощью раствора гидроксида натрия или раствора серной кислоты устанавливают pH раствора, равное 0,9—1,4 (контроль с помощью pH-метра).

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 молибденовокислого аммония, тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин. При перемешивании приливают 25 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/дм^3, обмывая ею стенки колбы, через 2—3 мин добавляют 10 см^3 аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют через 30 мин на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 815 нм.

Раствором сравнения служит вода. Одновременно проводят контрольный опыт.

По оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массовую долю диоксида кремния по градуировочному графику.

4.2.4 *Построение градуировочного графика*

В шесть пластмассовых стаканов вместимостью 150 см^3 отбирают пипеткой аликвотные части 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20.0 и 25,0 см^3 стандартного раствора Б и 25, 20, 15, 10, 5 и 0 см^3 раствора-фона в соответствии с таблицей 1. В каждую колбу добавляют 1 каплю фенолфталеина, нейтрализуют раствором серной кислоты 1:9, добавляют 7 см^3 раствора серной кислоты 1:39 и далее с каждым стандартным раствором поступают, как указано в 4.2.3.

Таблица 1

Объем стандартного раствора Б диоксида кремния,см^3	Объем раствора-фона,см3,г	Масса диоксида кремния в 100 см^3,г
0	25	0
5,0	20	0,00002
10,0	15	0,00004
15,0	10	0,00006
20,0	5	0,00008
25,0	0	0,00010

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кремния.

По полученным значениям оптических плотностей и известным массам диоксида кремния строят градуировочный график.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю диоксида кремния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \cdot 100 + \frac{m_5 \cdot V \cdot 100}{mV_1},$$

где m_1 — масса тигля с осадком до обработки фтористоводородной и серной кислотами,г;

m_2 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной и серной кислотами,г;

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной и серной кислотами,г;

m_4 — масса тигля с осадком контрольного опыта после обработки фтористоводородной и серной кислотами, г;

m_5 — масса диоксида кремния, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

4.3.3 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля диоксида кремния в боксите,%	Допускаемое расхождение,% абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 1,0 до 5,0 включ.	0,2	0,3
Св. 5,0 » 15,0 »	0,3	0,4
» 15,0 » 25,0 »	0,4	0,5

5 Дифференциальный фотометрический метод

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения кремнемолибденовой гетерополикислоты в результате реакции кремниевой кислоты с молибденовокислым аммонием с последующим восстановлением комплекса аскорбиновой кислотой и измерении оптической плотности испытуемых растворов по отношению к раствору, содержащему определенное количество диоксида кремния.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Нейтральные стекла НС-8 толщиной 2, 3 и 4 мм.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,14 и 8 моль/дм^3.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при 400 °С.

Смесь для сплавления: смешивают углекислый натрий и тетраборнокислый натрий в соотношении 3:1 (по массе).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния:

Раствор А: 0,2000 г тонко растертого и предварительно прокаленного 1 ч при температуре 1000 °С диоксида кремния сплавляют в платиновом тигле с 5 г безводного углекислого натрия при температуре 900 °С 10—15 мин до получения прозрачного плава. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см^3 раствора А содержит 0,0002 г диоксида кремния.

Раствор Б, готовят следующим образом: 100 см^3 раствора А разбавляют до метки водой в колбе вместимостью 500 см^3 и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00004 г диоксида кремния.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 Навеску боксита массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или платиновый тигель, тщательно смешивают с 3 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре 950 °С в течение 15—20 мин.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого 3 г смеси для сплавления помещают в платиновую чашку или платиновый тигель и выдерживают в муфельной печи не более 5 мин только до расплавления смеси. После охлаждения в чашку добавляют 50 см^3 горячей воды и выщелачивают плав при нагревании. При получении плава в тигле его помещают в платиновую чашку. Выщелаченный плав переносят в стакан вместимостью 300 см^3, в который предварительно добавлено 60 см^3

раствора соляной кислоты. Тщательно обмывают стенки платиновой чашки водой, раствор присоединяют к основному раствору, разбавляют водой до 250 см^3, перемешивают и нагревают содержимое стакана до полного растворения осадка. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Этот раствор используют для определения оксида алюминия, оксида железа (III), диоксида титана.

Отбирают аликвотную часть раствора 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют раствор до 50 см^3 раствором серной кислоты 0,14 моль/дм^3, добавляют 5 см^3 молибденовокислого аммония. Через 10 мин при перемешивании доливают 25 см^3 раствора серной кислоты 8 моль/дм^3, обмывая ею стенки колбы, через 2—3 мин добавляют 10 см^3 аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

5.2.2 Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого 5 см^3 раствора контрольного опыта помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют из микробюретки 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,0002 г диоксида кремния, разбавляют раствор до 50 см^3 раствором серной кислоты 0,14 моль/дм^3 и далее поступают, как указано в 5.2.1.

5.2.3 Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют через 30 мин относительно раствора сравнения на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 815 нм.

При этом следует пользоваться постоянными кюветами, из которых одна предназначена для испытуемого раствора, а другая для раствора сравнения. Кюветы должны быть помечены.

При измерении на спектрофотометре вместо раствора сравнения можно использовать нейтральное стекло НС-8 толщиной 2, 3 или 4 мм. Для этого в одну из кювет наливают раствор контрольного опыта, а в другую — исследуемую пробу, и перед держателем с этими кюветами ставят держатель с нейтральным стеклом НС-8, которое располагается перед кюветой с раствором контрольного опыта.

Если оптическая плотность испытуемого раствора больше оптической плотности раствора сравнения, то нуль оптической плотности устанавливают по раствору сравнения, а затем измеряют оптическую плотность испытуемого раствора, записывая ее со знаком плюс.

Если оптическая плотность испытуемого раствора меньше оптической плотности раствора сравнения, то используют обратный порядок измерения: на нуль оптической плотности устанавливают прибор, используя в качестве раствора сравнения испытуемый раствор, а затем измеряют оптическую плотность раствора сравнения, записывая ее со знаком минус.

Аналогично производят измерения, используя нейтральные стекла.

По оптической плотности растворов определяют массу диоксида кремния по градуировочному графику.

5.2.4 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 приливают 0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00008; 0,00016; 0,00020; 0,00024; 0,00032; 0,00040; 0,00048 г диоксида кремния.

Раствор в каждой колбе доливают до 50 см^3 раствором серной кислоты 0,14 моль/дм^3, приливают по 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и далее анализ продолжают, как указано в 5.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 5,0 см^3 стандартного раствора Б, или нейтральные стекла НС-8 толщиной 2, 3 или 4 мм. При использовании нейтральных стекол за стеклом НС-8 ставят кювету с раствором, не содержащим диоксида кремния.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю диоксида кремния X, %, вычисляют по формуле

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

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

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

5.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.3 Допускаемые расхождения — по 4.3.3, таблица 2.

6 Фотометрический метод

Метод основан на образовании кремнемолибденовой гетерополикислоты и восстановлении ее аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини.

6.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с молярной концентрацией эквивалента 8 и 0,14 моль/дм^3.

Калия гидроксид.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при 400 °С.

Смесь для сплавления: смешивают углекислый натрий и тетраборнокислый натрий в соотношении 3:1 (по массе).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота аскорбиновая пищевая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Раствор-фон I: 3 г смеси для сплавления растворяют в 50 см^3 воды в платиновой чашке вместимостью 100 см^3. Раствор охлаждают, переносят в пластмассовый стакан вместимостью 150 см^3, содержащий 14 см^3 раствора серной кислоты 8 моль/дм^3. Фильтруют через плотный фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор-фон II: 5 г гидроксида калия растворяют в 50 см^3 воды в чашке из стеклоуглерода вместимостью 100 см^3. Раствор охлаждают, переносят в пластмассовый стакан вместимостью 150 см^3, содержащий 19,8 см^3 раствора серной кислоты 8 моль/дм^3. Фильтруют через плотный фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Стандартный раствор диоксида кремния: 0,2000 г тонко растертого и предварительно прокаленного в течение 1 ч при температуре 1000 °С диоксида кремния сплавляют в платиновом тигле с 5 г безводного углекислого натрия при температуре 900 °С в течение 10—15 мин до получения прозрачного сплава. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см^3 раствора А содержит 0,0002 г диоксида кремния.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А помещают в колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000025 г диоксида кремния. Раствор Б готовят перед применением.

6.2 Проведение анализа

6.2.1 *Разложение пробы*

6.2.1.1 *Разложение пробы сплавлением с углекислым и тетраборнокислым натрием*

Навеску боксита массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или платиновый тигель, тщательно смешивают с 3 г смеси для сплавления и производят сплавление и выщелачивание плава, как указано в 4.2.1. Анализируемый раствор помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3.

6.2.1.2 *Разложение пробы сплавлением с гидроксидом калия*

Навеску боксита массой 0,5 г помещают в тигель из стеклоуглерода, добавляют 5 г гидроксида калия. Содержимое тигля перемешивают и сплавляют 20 мин в муфельной печи при температуре 500 °С. После охлаждения в тигель наливают воду и плав выщелачивают при нагревании. Содержимое тигля переливают в стакан, содержащий 38 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, и 150 см^3 воды (содержимое стакана нагрето до кипения). Тщательно смывают стенки тигля водой, раствор присоединяют к основному раствору в стакане.

Наливают в тигель часть кислого раствора из стакана и выдерживают при нагревании несколько минут, чтобы полностью растворить остатки плава. Содержимое тигля вновь переводят в стакан. Раствор нагревают до полного растворения осадка, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.2.2 Отбирают аликвотную часть раствора 5 см^3 полученного, как указано в 6.2.1, в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют раствор до 50 см^3 раствором серной кислоты 0,14 моль/дм^3, добавляют 5 см^3 молибденовокислого аммония, через 10 мин при перемешивании приливают 25 см^3 раствора серной кислоты 8 моль/дм^3, обмывая ею стенки колбы, через 2—3 мин добавляют 10 см^3 аскорбиновой кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 30 мин на фотоэлектроколориметре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 815 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт.

По оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу диоксида кремния по градуировочному графику.

6.2.3 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см^3

каждая приливают из бюретки 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000025; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020 и 0,00025 г диоксида кремния. В каждую колбу приливают в случае сплавления пробы со смесью карбоната и тетрабората натрия по 5 см^3 раствора-фона I, в случае сплавления с гидроксидом калия — по 5 см^3 раствора-фона II. Раствор в каждой колбе доливают до 50 см^3 раствором серной кислоты 0,14 моль/дм^3, приливают по 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и далее анализ продолжают, как указано в 6.2.2.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора диоксида кремния.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам диоксида кремния строят градуировочный график.

6.3 Обработка результатов

6.3.1 Массовую долю диоксида кремния X, %, вычисляют по формуле

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

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

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

6.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

6.3.3. Допускаемые расхождения — по 4.3.3, таблица 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Комбинированный гравиметрический и спектрофотометрический метод (ИСО 6607—85)

А.1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает комбинированный гравиметрический и спектрофотометрический метод определения общего содержания кремния в алюминиевых рудах.

Метод применим для руд с массовой долей диоксида кремния от 1 % до 25 %.

А.2 Ссылки

ГОСТ 8.010—90* Методы выполнения измерений

ГОСТ 8.207—76 Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений

ИСО 6995—85 Алюминиевые руды. Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с применением 4,4-диантипирилметана

А.3 Сущность метода

Разложение навески одним из способов:

а) Обработка смесью соляной, азотной и серной кислот.

Примечание — Метод рекомендуется для гиббситов и бемитов, а также при остатке после растворения навески и возгонки диоксида кремния менее 1 % от массы навески.

б) Спекание с пероксидом натрия с последующим кратковременным сплавлением. Растворение плава серной кислотой.

Примечание — Метод рекомендуется для диаспоров, а также при остатке после возгонки диоксида кремния при кислотном разложении более 1 % от массы навески.

в) Метод сплавления по ИСО 6995.

Обезвоживание диоксида кремния, растворение солей, фильтрование и прокаливание загрязненного диоксида кремния, обработка фтористоводородной и серной кислотами. Сплавление остатка со смесью углекислого натрия и тетраборнокислого натрия, растворение плава в серной кислоте и присоединение его к основному раствору.

Добавление к аликвотной части основного раствора избыточного количества гидроксида натрия и нагревание до деполимеризации диоксида кремния в растворе.

Подкисление серной кислотой и установление pH раствора 1,40 с последующим добавлением молибдата аммония. Разрушение фосфорномолибденовой и мышьяковомолибденовой кислот добавлением избытка серной кислоты, восстановление β - кремнемолибденовой кислоты до кремнемолибденовой сини и измерение абсорбции раствора при длине волны около 810 нм.

А.4 Реактивы

Для анализа используют только реактивы квалификации ч.д.а., дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

А.4.1 Пероксид натрия.

Примечание — Пероксид натрия хранят в сухом месте, не допускается применять пероксид со следами агломерации.

А.4.2 Смесь для сплавления из углекислого натрия и тетраборнокислого натрия.

Безводный углекислый натрий и безводный тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 3:1 (по массе).

А.4.3 Фтористоводородная кислота, ρ_{20} = 1,18 г/см^3, раствор 40 %.

А.4.4 Серная кислота, ρ_{20} = 1,84 г/см^3, разбавленная 1:1.

А.4.5 Серная кислота, ρ_{20} = 1,84 г/см^3, разбавленная 1:3.

А.4.6 Серная кислота, ρ_{20} = 1,84 г/см^3, разбавленная 1:9.

А.4.7 Серная кислота, ρ_{20} = 1,84 г/см^3, разбавленная 1:39.

А.4.8 Смесь кислот.

В стакан вместимостью 1 дм^3 наливают 225 см^3 воды, осторожно при постоянном перемешивании

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

добавляют 175 см^3 серной кислоты (ρ_{20} = 1,84 г/см^3). Охлаждают до комнатной температуры, добавляют 150 см^3 соляной кислоты (ρ_{20} = 1,17 г/см^3) и 50 см^3 азотной кислоты (ρ_{20} = 1,42 г/см^3) и перемешивают.

Для каждой серии определений готовят свежий раствор, хранить раствор не допускается.

А.4.9 Аскорбиновая кислота, раствор 50 г/дм^3.

5 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см^3 воды. Раствор готовят ежедневно.

А.4.10 Аммония молибдат, раствор 100 г/дм^3.

100 г молибдата аммония [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$] растворяют в 1 дм^3 воды.

При появлении осадка раствор следует вылить.

А.4.11 Натрия гидроксид, раствор 160 г/дм^3.

160 г гидроксида натрия растворяют в 1 дм^3 воды в пластмассовом стакане.

А.4.12 Стандартный раствор диоксида кремния, содержащий 400 мг SiO_2 в 1 дм^3.

Чистый диоксид кремния прокаливают 1 ч при 1000 °С и охлаждают в эксикаторе. 0,400 г прокаленного диоксида кремния взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в платиновый тигель. Добавляют 4,0 г безводного углекислого натрия, тщательно перемешивают металлическим шпателем, осторожно прокаливают 10 мин при 1000 °С.

Охлаждают и помещают в пластмассовый стакан вместимостью 400 см^3. Доливают 200 см^3 горячей воды, перемешивают до полного растворения плава. Охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3. Разбавляют до метки и тщательно перемешивают.

Немедленно переносят раствор в пластмассовый сосуд.

А.4.13 Стандартный раствор диоксида кремния, содержащий 4 мг SiO_2 в 1 дм^3.

10 см^3 стандартного раствора (А.4.12) отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

А.4.14 Раствор-фон для построения градуировочного графика.

Растворы готовят по А.4.12 и А.4.13 без диоксида кремния.

А.4.15 Фенолфталеин, раствор индикатора.

0,05 г фенолфталеина растворяют в 50 см^3 этилового спирта и разбавляют до 100 см^3.

А.5 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, стеклянная посуда с нетравленой, без царапин поверхностью, и указанная в А.5.1 — А.5.8.

А.5.1 Платиновый тигель вместимостью около 30 см^3 с крышкой.

А.5.2 Пипетки с одной отметкой на 5, 10, 15, 20 и 25 см^3, класса А.

А.5.3 Пластмассовые стаканы вместимостью около 150 см^3.

А.5.4 Лабораторная муфельная печь с диапазоном рабочих температур 480—1100 °С и продувкой воздуха через камеру нагрева.

А.5.5 Циркониевый тигель вместимостью около 40 см^3 .

А.5.6 pH-метр.

А.5.7 Спектрофотометр для измерения абсорбции при длине волны около 810 нм.

А.5.8 Эксикатор с оксидом фосфора (V) в качестве осушителя.

А.6 Отбор и подготовка проб

Лабораторную пробу отбирают и измельчают до размера частиц, проходящих через лабораторное сито с размером ячеек 150 мкм, в соответствии с методикой, изложенной в соответствующих стандартах.

А.7 Проведение анализа

А.7.1 Количество определений

Анализ проводят на двух параллельных навесках независимо для каждой пробы руды.

Примечание — «Независимо» означает проведение анализа разными лаборантами или, в случае невозможности замены лаборантов, с перерывами между определениями.

А.7.2 Навеска

1 г пробы взвешивают с точностью до 0,001 г и записывают массу (m_1).

А.7.3 Холостой опыт

Параллельно с разложением навески готовят раствор холостого опыта по методике разложения, но без пробы. При проведении одновременно анализа нескольких проб достаточно одного холостого опыта при условии соблюдения той же методики и использования реактивов из тех же сосудов.

А.7.4 Контрольный опыт

В каждой серии определений в тех же условиях проводят параллельно анализ стандартного образца руды того же типа.

Примечание — Стандартный образец должен быть того же типа руды, что и анализируемая проба. Стандартный образец не может считаться рудой того же типа, если свойства анализируемой пробы настолько отличаются от свойств стандартного образца, что требуется значительно изменить проведение анализа.

А.7.5 Гравиметрическое определение кремния

А.7.5.1 *Разложение навески*

В случае кислотного разложения следует поступить, как установлено в А.7.5.1.1, а в случае щелочного спекания — как в А.7.5.1.2.

А.7.5.1.1 *Кислотное разложение*

Навеску пробы (А.7.2) помещают в стакан вместимостью 400 см^3. Смачивают водой, добавляют 60 см^3 свежеприготовленной смеси кислот (А.4.8). Закрывают стакан и нагревают при температуре 80 °С до разложения пробы.

Примечание — При массовой доле оксида железа (Fe_2O_3) более 15 % продолжительность нагрева значительно увеличивается.

После того, как прекратится выделение бурых паров, тщательно ополаскивают крышку и стенки стакана. Выпаривают открытый раствор до густых паров серной кислоты. Закрывают и нагревают интенсивно 60 мин на плитке при температуре (210 ± 10) °С.

Примечание — Температуру определяют в отдельном стакане с помощью частично погруженного (на 10 мм) в серную кислоту термометра.

А.7.5.1.2 *Щелочное спекание*

Навеску пробы (А.7.2) помещают в сухой циркониевый тигель (А.5.5), добавляют 10 г пероксида натрия (А.4.1), тщательно перемешивают сухим металлическим шпателем.

Тигель помещают в муфельную печь (А.5.4), выдерживают 45 мин при температуре 480—500 °С. Извлекают тигель из печи, нагревают на горелке для расплавления спека (около 30 с). Продолжают нагрев плава 2 мин с перемешиванием круговыми движениями.

Охлаждают до комнатной температуры (можно ускорить охлаждение с помощью металлической плиты), помещают на бок в стакан вместимостью 400 см^3. Закрывают стакан и осторожно наливают 140 см^3 серной кислоты (А.4.6) с задней стороны тигля. Добавляют 20 см^3 серной кислоты (А.4.4) и растворяют в кислоте содержимое тигля.

После полного выщелачивания содержимого извлекают тигель из стакана, тщательно ополаскивают его и сливают промывную воду в стакан. Тщательно ополаскивают крышку и стенки стакана. Выпаривают открытый раствор до густых паров серной кислоты. Закрывают и интенсивно нагревают 60 мин на плитке при температуре (210 ± 10) °С.

А.7.5.2 *Растворение и фильтрование*

Раствор охлаждают до комнатной температуры, осторожно добавляют 130 см^3 воды и нагревают до 80—90 °С, выдерживают 40 мин при постоянном перемешивании до полного растворения солей, отфильтровывают горячим через фильтр средней плотности и собирают фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см^3.

Стакан ополаскивают водой, очищают стенки стакана стеклянной палочкой с резиновым наконечником, переносят осадок на фильтр. Фильтр с осадком пятикратно промывают горячей водой порциями по 5—10 см^3. Фильтрат и промывную воду сохраняют для анализа по А.7.5.4. Сохраняют фильтр с загрязненным осадком диоксида кремния и продолжают анализ согласно А.7.5.3.

Примечание — При высоком содержании диоксида кремния необходимо увеличить объем промывного раствора.

А.7.5.3 *Обработка загрязненного осадка диоксида кремния*

Фильтр с диоксидом кремния помещают в предварительно прокаленный взвешенный платиновый тигель (А.5.1). Высушивают, сжигают и озоляют полностью, постепенно поднимая температуру до 600—700 °С.

Тигель закрывают и прокаливают 30 мин в муфельной печи (А.5.4) при температуре (1075 ± 25) °С, затем охлаждают на воздухе 1—2 мин.

Помещают в эксикатор (А.5.8), охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Примечание — Время охлаждения около 10 мин.

Повторяют прокаливание, охлаждение и взвешивание до получения постоянной массы с точностью 0,0005 г. Записывают массу тигля с содержимым (m_2).

Осадок в тигле смачивают по каплям водой. Доливают 8 капель серной кислоты (А.4.4), затем 5 см^3 фтористоводородной кислоты (А.4.3). Осторожно нагревают и выпаривают до прекращения выделения густых паров серной кислоты.

Осторожно нагревают при низкой температуре, закрывают тигель, прокаливают в муфельной печи (А.5.4) при температуре (1075 ± 25) °С (15 ± 2) мин. Дают остыть на воздухе 1—2 мин. Помещают в эксикатор. Охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Повторяют обработку кислотами, выпаривание и прокаливание до получения постоянной массы с точностью до 0,0005 г. Записывают массу тигля с содержимым (m_3).

Примечание — Если при кислотном разложении масса остается постоянной и превышает массу тигля на 0,01 г, следует пользоваться методом спекания.

А.7.5.4 *Обработка осадка*

(0,7 ± 0,1) г смеси для сплавления добавляют к осадку (А.7.5.3). Сплавляют при температуре свыше 1000 °С в течение 4—5 мин в муфельной печи (А.5.4). Извлекают тигель, немного перемешивают круговыми движениями и снова ставят в печь на 1—2 мин. Тигель охлаждают, добавляют 10 см^3 серной кислоты (А.4.6), нагревают до растворения плава. Переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 с раствором (А.7.5.2), ополаскивают тигель водой, сливают промывные воды в ту же колбу. Охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают. Этот раствор является раствором анализируемой пробы.

А.7.6 Спектрофотометрическое определение содержания остаточного диоксида кремния

Проводят анализ раствора анализируемой пробы и раствора холостого опыта.

Пипеткой (А.5.2) отбирают аликвотную часть объемом 10 см^3 от каждого раствора в пластмассовые стаканы (А.5.3). Добавляют 1 каплю фенолфталеина (А.4.15), нейтрализуют раствором гидроксида натрия (А.4.11), добавляют 2 см^3 для избытка. Разбавляют до объема 25 см^3.

Нагревают 15 мин на водяной бане при 70 °С и охлаждают. Нейтрализуют раствором серной кислоты (А.4.6). Добавляют 7 см^3 серной кислоты (А.4.7), разбавляют до объема 50 см^3. С помощью гидроксида натрия или серной кислоты устанавливают pH раствора, равный 1,4±0,1.

С этого момента до момента появления окраски растворов поддерживают температуру 15—25 °С.

Добавляют 2,0 см^3 раствора молибдата аммония (А.4.10) в оба раствора, тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин.

Добавляют 20 см^3 серной кислоты (А.4.5) в оба раствора, перемешивают и оставляют на 10 мин.

Добавляют 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (А.4.9) в оба раствора, переливают в мерные колбы вместимостью 100 см^3. Ополаскивают несколько раз стаканы небольшим количеством воды и вливают промывные воды в колбы. Немедленно доливают до метки и перемешивают. Оставляют на 1 ч для развития окраски.

Измеряют поглощение растворов при длине волны 810 нм, используя в качестве раствора сравнения воду, и записывают значения:

T — абсорбция раствора анализируемой пробы,

B — абсорбция раствора холостого опыта.

Рассчитывают и записывают абсорбцию, соответствующую содержанию диоксида кремния в растворе

$$A = T - B.$$

А.7.7 Построение градуировочного графика

В шесть пластмассовых стаканов (А.5.3) вместимостью 150 см^3 каждый отбирают пипеткой аликвотные объемы 0, 5, 10, 15, 20 и 25 см^3 стандартного раствора диоксида кремния (А.4.13) в соответствии с таблицей А.1. В те же шесть стаканов вливают соответственно 25, 20, 15, 10, 5 и 0 см^3 раствора-фона (А.4.14) в соответствии с таблицей А.1.

Далее с каждым стандартным раствором поступают, как указано в А.7.6.

Таблица А.1 Градуировочные растворы

Объем стандартного раствора диоксида кремния (А.4.13),см^3	Объем раствора-фона (А.4.14),см3	Масса диоксида кремния в 100 см^3,мкг
0	25	0
5	20	20
10	15	40
15	10	60
20	5	80
25	0	100

Измеряют абсорбцию каждого раствора, используя в качестве раствора сравнения воду, записывают значения A_0, A_5, A_{10}, A_{20}, A_{25}.

Строят градуировочный график зависимости абсорбции от массы диоксида кремния

Абсорбция	Диоксид кремния,мкг
$A_0 - A_0$	0
$A_5 - A_0$	20
$A_{10} - A_0$	40
$A_{15} - A_0$	60
$A_{20} - A_0$	80
$A_{25} - A_0$	100

А.8 Обработка результатов

А.8.1 Расчет общего содержания диоксида кремния

Массовую долю диоксида кремния X в анализируемой пробе, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_3) - (m_{2б} \cdot m_{3б})}{m_1} \cdot 100 + \frac{m_{SiO_2} \cdot 0{,}0025}{m_1},$$

где m_1 — масса навески пробы,г;

m_2 — масса тигля с осадком после прокаливания.(А.7.5.3),г;

m_3 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой (А.7.5.3),г;

$m_{2б}$ — масса тигля с осадком холостого опыта после прокаливания,г;

$m_{3б}$ — масса тигля с осадком холостого опыта после обработки фтористоводородной кислотой,г;

m_{SiO_2} — масса диоксида кремния,найденная по градуировочному графику,мкг.

А.8.2 Статистическая обработка результатов

А.8.2.1 *Точность*

Точность метода выражается терминами сходимости, воспроизводимости и индекса воспроизводимости по таблице А.2.

Таблица А.2 Показатели точности определения кремния

Проба	Среднее значение массовой доли диоксида кремния, %	Компоненты стандартного отклонения		Индекс воспроизводимости $2S$
		r	R	
МТ/12/2	1,53	0,035	0,072	0,16
МТ/12/1	2,57	0,034	0,025	0,085
МТ/12/4	5,04	0,045	0,070	0,17
МТ/12/6	21,59	0,059	0,19	0,39

где r — сходимость,
R — воспроизводимость.

А.8.2.2 *Критерии оценки правильности результатов анализа (см. ИСО 5725)*

Результат анализа пробы принимают, если результат анализа стандартного образца отличается от паспортного значения этого образца на значение, не превышающее индекс воспроизводимости (таблица А.2), расхождение между двумя результатами параллельных определений для анализируемой пробы не превышает $2{,}77r$ (таблица А.2).

Если результат анализа стандартного образца находится за пределами индекса воспроизводимости, то необходимо провести одновременно анализ одной анализируемой пробы, одного стандартного образца и одного холостого опыта. Результат анализа стандартного образца должен быть рассмотрен для принятия результата анализа пробы, как указано выше.

Если результат анализа стандартного образца находится за пределами индекса воспроизводимости, проводят анализ другого стандартного образца того же типа руды, пока не будут получены два приемлемых результата.

Если расхождение между двумя результатами анализа анализируемой пробы превышает $2{,}77r$, необходимо провести дополнительно анализ одной анализируемой пробы с одной холостой пробой одновременно с анализом стандартного образца того же типа руды. Принятие полученного дополнительного результата анализа анализируемой пробы должно зависеть в каждом случае от принятия результата анализа стандартного образца.

А.8.2.3 *Расчет окончательного результата*

Окончательный результат является среднеарифметическим значений принятых результатов анализа, рассчитанных с точностью до четвертого и округленных до второго десятичного знака следующим образом:

а) если цифра третьего десятичного знака меньше 5, ее отбрасывают, а цифра второго десятичного знака остается без изменения;

б) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак любая цифра, кроме 0, или если цифра третьего десятичного знака больше 5, цифру второго десятичного знака увеличивают на единицу;

в) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак 0, цифру 5 отбрасывают, а цифру второго десятичного знака оставляют без изменения, если она 0, 2, 4, 6, 8, или увеличивают на единицу, если она 1, 3, 5, 7 или 9.

А.9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

а) необходимые данные для определения пробы;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) результаты анализа;

г) порядковый номер результатов;

д) любые данные, отмеченные в процессе анализа, и любые операции, влияющие на результаты анализа и не предусмотренные настоящим стандартом.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытание, диоксид кремния

gost.e-ecolog.ru