МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32518.1— 2013 (ISO 2598-1:1992)

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДА КРЕМНИЯ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

(ISO 2598-1:1992, MOD)

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») и Техническим комитетом по стандартизации ТК 378 «Руды железные, марганцевые и хромовые» на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 № 44-2013)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3188) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова – Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 межгосударственный стандарт ГОСТ 32518.1-2013 (ISO 2598-1:1992) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 2598-1:1992 Iron ores – Determination of silicon content - Part 1 Gravimetric methods (Руды железные. Определение содержания диоксида кремния. Гравиметрические методы).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которых подготовлен настоящий межгосударственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

Ссылки на международные стандарты заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 23581.15-81 (СТ СЭВ 1225-78) в части разделов 2 и 3

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Определение оксида кремния гравиметрическим методом

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets
Determination of silica gravimetric method

Дата введения 2015-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды железные, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает гравиметрические методы определения оксида кремния при массовой доле от 1 % до 45 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.049-80 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.3.002-75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217-77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526-75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656-75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11293-89 Желатин. Технические условия

ГОСТ 15054-80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги

ГОСТ 22180-76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 23581.0-2013 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Общие требования

к методам химического анализа

ГОСТ 23581.1-2013 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания гигроскопической влаги

ГОСТ 23581.16-81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения окиси кальция и окиси магния

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

ГОСТ 24104—2001[1] Весы лабораторные. Общие технические требования

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по стандарту [1][2].

4 Общие требования

4.1 Требования безопасности к:

- воздуху рабочей зоны – по ГОСТ 12.1.005;
- электробезопасности – по ГОСТ 12.1.019;
- оборудованию производственному (общие требования) – по ГОСТ 12.2.003;
- оборудованию производственному (эргономические требования) – по ГОСТ 12.2.049;
- производственным процессам – по ГОСТ 12.3.002;
- пожарной безопасности – по ГОСТ 12.1.004;
- вентиляционным системам – по ГОСТ 12.4.021.

4.2 Требования к квалификации исполнителей

К выполнению анализов и (или) обработке результатов допускаются лица прошедшие профессиональную подготовку, владеющие техникой количественного химического анализа и основами

5 Гравиметрический солянокислотный метод

5.1 Сущность метода

Метод основан на выделении кремниевой кислоты в присутствии желатина из солянокислого раствора при температуре не выше 60 °С.

Разложение проводят растворением руды железной, концентрата, агломерата или окатыша в соляной кислоте с доплавлением нерастворимого остатка с углекислым натрием или спеканием со смесью углекислого натрия, щавелевой кислоты и азотнокислого калия.

5.2 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

Для проведения анализа применяют:

- дистилляторы, обеспечивающие получение дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- печь электрическую муфельную с терморегулятором и температурой нагрева не менее 1100 °С;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 (высокого (II) класса точности) или другого типа, допускающие погрешность взвешивания не более ± 0,0002 г;
- стаканы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336 вместимостью 250 и 400 см^3;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53288—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования.

[2] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52361-2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения.

- щипцы тигельные с наконечниками из платины по ГОСТ 6563;
- тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147;
- кальций хлористый плавленый по ГОСТ 450, прокаленный при температуре от 700 °С до 800 °С для заполнения эксикатора;
- магния оксид по ГОСТ 4526;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;
- калий азотнокислый по ГОСТ 4217;
- смесь для сплавления: 25 г углекислого натрия смешивают с 1 г азотнокислого калия и хранят в банке с плотно закрытой пробкой;
- кислоту щавелевую по ГОСТ 22180;
- смесь для спекания А: 10 г тонкоизмельченного углекислого натрия смешивают с 4 г щавелевой кислоты и 1 г азотнокислого калия;
- смесь для спекания Б: тонкоизмельченный углекислый натрий смешивают с высушенной при 110 °С мукой 1-го сорта и оксидом магния в соотношении 3:2:0,05; применяют, если фильтрат после отделения оксида кремния не используют для других определений;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:4, 1:50;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:4;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм^3: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают (30-40) см^3 воды и выдерживают в течение 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая стеклянной палочкой. Затем помещают в теплую воду и при перемешивании нагревают до растворения желатина, после чего доливают водой до объема 100 см^3 и вновь перемешивают. Раствор желатина без консервирующих средств хранят в течение 2 суток.
- водорода пероксид по ГОСТ 10929, 3 %-ный раствор;
- фильтры обеззоленные по ТУ [2] средней плотности.

Примечание - Допускается применение других средств измерения, оборудования и реактивов, обеспечивающих проведение анализа с установленной погрешностью.

5.3 Подготовка к проведению анализа

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 15054.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Массу навески руды железной, концентрата, агломерата или окатыша определяют в зависимости от предполагаемой массовой доли оксида кремния, как указано в таблице 1.

Таблица 1 - Масса навесок проб

Массовая доля оксида кремния, %	Масса навески, г
От 1 до 10 включ.	1,0
Св. 10 » 20 »	0,5
« 20 » 45 »	0,25

Разложение соляной кислотой руды железной, концентрата, агломерата и окатыша и обработку нерастворимого остатка проводят согласно 5.4.2.

Разложение спеканием выполняют согласно 5.4.3.

Выделение кремниевой кислоты из солянокислого раствора проводят согласно 5.4.4

5.4.2 Навеску пробы взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают водой, приливают 30 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и, периодически перемешивая, растворяют при слабом кипении до полного растворения навески. Прибавляют (1-2) см^3 азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, разбавляют горячей водой до (20-30) см^3 и отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, собирая фильтрат в стакан вместимостью 400 см^3. Осадок на фильтре и стакан промывают четыре-шесть раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50, затем три-четыре раза горячей водой. Фильтрат (основной раствор) выпаривают до объема приблизительно 30 см^3 .

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре от 700 °С до 750 °С, после чего охлаждают, смешивают остаток с 3,0 г углекислого натрия или 2,5 г смеси для сплавления и сплавляют при температуре от 950 °С до 1000 °С до получения однородного плава.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 30 см^3

соляной кислоты, разбавленной 1:4, и нагревают до растворения плава. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой. Полученный раствор присоединяют к фильтрату (основной раствор.

Примечание – Навеску руды, содержащую нерастворимые сульфиды и органические примеси, перед растворением в соляной кислоте предварительно прокаливают в фарфоровом тигле при температуре от 550 °С до 700 °С.

5.4.3 При разложении спеканием навеску пробы, взвешенную с точностью до 0,0002 г, и 1,5 г смеси для спекания (А или Б) помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью и перемешивают никелевым шпателем до получения однородной по цвету массы. Полученную смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, очищая тигель от остатков с помощью (0,2-0,3) г смеси для спекания. Ампулообразный кулечек помещают на двойную прокладку из беззольной увлажненной фильтровальной бумаги в платиновый тигель, затем вместе с содержимым в муфельную печь на дно опрокинутого фарфорового тигля или толстый слой асбеста и выдерживают при температуре от 750 °С до 850 °С в течение
(15-20) мин. При спекании легкоплавких материалов не следует поднимать температуру выше 780°С. Если в фильтрате после выделения кремниевой кислоты не нужно определять оксид магния, допускается проводить спекание в фарфоровом тигле, для чего навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша смешивают с 1,5 г одной из смесей для спекания (А или Б), как указано выше. Ампулообразный кулечек помещают в фарфоровый тигель, заполненный на ¾ объема оксидом магния, вместе с содержимым помещают в муфельную печь и выдерживают при температуре от 750°С до 850°С в течение (15-20) мин.

После охлаждения спек переносят в стакан вместимостью 400 см^3, прибавляют (10-15) см^3 горячей воды, перемешивают, накрывают его часовым стеклом и через несколько минут осторожно приливают 25 см^3 соляной кислоты, (1-2) см^3 азотной кислоты и кипятят раствор до удаления окислов азота. Содержимое стакана нагревают до полного растворения спека.

5.4.4 Раствор, полученный по 5. 4.2 или 5.4.3, выпаривают до влажных солей, прибавляют (10 - 15) см^3 соляной кислоты, нагревают до (50-60) °С, добавляют 2 см^3 раствора желатина, перемешивают и выдерживают 1-2 мин.

Затем добавляют еще 2 см^3 раствора желатина, снова перемешивают и через (15-20) мин разбавляют теплой водой до 50 см^3. В присутствии значительных количеств титана (более 1%) перед добавлением желатина прибавляют несколько капель пероксида водорода. Через (10-15) мин осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, оттирают приставшие к стенкам стакана частицы кусочком беззольного фильтра и стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Промывают осадок на фильтре шесть-восемь раз теплой соляной кислотой, разбавленной 1:50, и затем
три - четыре раза теплой водой, фильтрат отбрасывают. При проведении особо точных анализов повторно выделяют оксид кремния из полученного фильтрата, как описано выше.

Фильтрат после выделения оксида кремния можно использовать для определения оксидов кальция и магния по ГОСТ 23581.16.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре от 1000 °С до 1100 °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и
взвешивают, затем повторяют процедуру до получения постоянной массы (m_1).

Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 5 капель серной кислоты, разбавленной 1:1, (5-10) см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают раствор до удаления паров серного ангидрида. Затем тигель с остатком помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре от 1000 °С до 1100 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторяют обработку остатка в тигле фтористоводородной и серной кислотами и прокаливание до получения постоянной массы (m_2).

5.4.5 Для внесения поправки на массу оксида кремния в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

5.4.6. Обработку результатов и процедуру приемлемости выполняют согласно разделу 7 (см. ниже)

6 Гравиметрический хлорнокислотный метод

6.1 Сущность метода

Метод основан на выделении кремниевой кислоты двукратным выпариванием раствора с хлорной кислотой.

Разложение проводят спеканием навески с пероксидом натрия или со смесью углекислого натрия, щавелевой кислоты и азотнокислого калия или растворением навески в смеси соляной и хлорной кислот с доплавлением нерастворимого остатка с углекислым натрием.

При возникновении разногласий в оценке качества руды, концентрата, агломерата или окатыша по показателю «Массовая доля оксида кремния» проводят
определение гравиметрическим хлорнокислотным методом.

6.2 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

Для анализа применяют:

- дистилляторы, обеспечивающие получение качества дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- печь электрическую муфельную с терморегулятором и температурой нагрева не менее 1100 °С;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 (высокого (II) класса точности) или другого типа, допускающие погрешность взвешивания не более ± 0,0002 г;
- стаканы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336 вместимостью 250, 400 и 600 $см^3$;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- щипцы тигельные с наконечниками из платины по ГОСТ 6563;
- тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147;
- тигли стеклоуглеродные по ТУ [3];
- тигли никелевые;
- тигли железные;
- кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460, прокаленный при температуре от 700 °С до 800 °С для заполнения эксикатора;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту борную по ГОСТ 9656;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1, 1:4, 1:9;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту хлорную по ТУ [4] плотностью 1,68 или 1,51 $г/см^3$;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;
- калий азотнокислый по ГОСТ 4217;
- кислоту щавелевую по ГОСТ 22180;
- смесь для спекания: 10 г тонкоизмельченного углекислого натрия смешивают с 4 г щавелевой кислоты и 1 г азотнокислого калия;
- натрия пероксид по ТУ [5] ;
- фильтры обеззоленные по ТУ [2] средней плотности.

Примечание - Допускается применение других средств измерения, оборудования и реактивов, обеспечивающих проведение анализа с установленной погрешностью.

6.3 Подготовка к проведению анализа

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 15054.

6.4 Проведение анализа

6.4.1 Массу навески руды железной, концентрата, агломерата или окатыша определяют в зависимости от предполагаемой массовой доли оксида кремния, как указано в таблице 2

Таблица 2 - Масса навесок проб

Массовая доля оксида кремния, %	Масса навески, г
От 1 до 10 включ.	1,0
Св. 10 » 20 »	0,5
« 20 » 45 »	0,25

При наличии в руде железной, концентрате, агломерате или окатыше нерастворимых сульфидов или органических веществ навеску перед растворением
прокаливают в фарфоровом тигле при температуре от 500 °С до 700 °С

6.4.2 *Разложение спеканием* (метод пригоден для бедных руд с высоким содержанием амфотерных элементов)

6.4.2.1 Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша в соответствии с таблицей 2, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают в никелевый, циркониевый, стеклоуглеродный или железный тигель, добавляют 3 г пероксида натрия и тщательно перемешивают. Тигель со смесью ставят на 1-2 мин на край муфельной печи, нагретой до (400±20) °С, после чего помещают в нее на 1 ч. При разложении смесь не должна плавиться, в случае плавления операцию повторяют при более низкой температуре.

6.4.2.2 При разложении руды железной, концентрата, агломерата или окатыша спеканием со смесью для спекания навеску в соответствии с таблицей 2, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью,
прибавляют 1,5 г смеси для спекания и перемешивают до получения однородной по цвету массы. Смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, очищая фарфоровый тигель от остатков при помощи (0,2-0,3) г смеси для спекания. Ампулообразный кулечек помещают на двойную прокладку из беззольной фильтробумажной массы в платиновый тигель, затем вместе с содержимым в муфельную печь на дно опрокинутого фарфорового тигля или на слой асбеста (для предупреждения перегрева и приплавления нижней части спека) и выдерживают при температуре от 750 °С до 850 °С в течение 15-20 мин. При спекании легкоплавких материалов не следует поднимать температуру более 780 °С.

6.4.2.3 Тигель со спеком, полученный по.6.4.2.1 или 6.4.2.2, помещают в низкий стакан вместимостью 600 $см^3$, приливают 200 $см^3$ воды и растворяют. Затем тигель извлекают, обмывают его водой и соляной кислотой, разбавленной 1:9, и остатки спекшейся массы снимают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. После этого приливают к раствору 50 $см^3$ соляной кислоты и 45 $см^3$ хлорной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и медленно нагревают до полного растворения спекшейся массы, приливают 1 $см^3$ серной кислоты для предотвращения осаждения титана, затем приоткрывают стекло и выпаривают раствор до появления густых белых паров хлорной кислоты. После охлаждения обмывают стенки стакана водой, смесь снова выпаривают до образования густых паров, затем, накрыв стакан часовым стеклом, продолжают нагревание в течение 20 мин. После этого приоткрывают стекло и выпаривают раствор до удаления основной массы хлорной кислоты.

6.4.2.4 Раствор охлаждают, прибавляют 50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:4, и затем содержимое стакана нагревают до растворения солей.

При наличии в руде железной, концентрате, агломерате или окатыше более 1% бария и свинца к охлажденному раствору, полученному согласно 6.4.2.3, приливают 50 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей.

6.4.3 *Разложение кислотами железной руды, концентрата, агломерата и окатыша* (метод пригоден для богатых руд с низким содержанием пустой породы).

6.4.3.1 Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша в соответствии с таблицей 2, взвешенную с точностью до 0,0002 г , помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и смачивают небольшим количеством воды.

Примечание – К пробам, содержащим более 0,1 % фтора, или если его количество неизвестно, перед прибавлением воды в стакан вносят 0,8 г борной кислоты.

Прибавляют 50 $см^3$ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают, не допуская кипения, до растворения основной массы навески, а затем 1 $см^3$ азотной кислоты, 25 $см^3$ хлорной кислоты и 1 $см^3$ серной кислоты для предотвращения осаждения титана.

Выпаривают раствор до появления густых белых паров хлорной кислоты.

После охлаждения прибавляют 25 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения солей. Затем охлаждают, прибавляют 40 $см^3$ воды и тщательно перемешивают содержимое стакана. Выделившийся остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают 3-4 раза соляной кислотой, разбавленной 1:9, а затем горячей водой до полного исчезновения кислой реакции. Фильтрат возвращают в исходный стакан, выпаривают до объема приблизительно 100 $см^3$ и сохраняют (основной раствор).

6.4.3.2 Фильтр с остатком переносят в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре от 700 °С до 750 °С. Тигель с остатком охлаждают, добавляют 3 г углекислого натрия, перемешивают и сплавляют при температуре от 950 °С до 1000 °С. Плав выщелачивают в основном растворе.

Тигель извлекают и обмывают водой, прибавляют 25 $см^3$ хлорной кислоты и нагревают раствор до появления густых белых паров хлорной кислоты. После
охлаждения стенки стакана обмывают водой, раствор снова выпаривают до появления паров, накрывают стакан часовым стеклом и продолжают нагревание еще в течение 20 мин. Затем приоткрывают стекло и выпаривают раствор до удаления основной массы хлорной кислоты.

6.4.3.3 Раствор охлаждают, прибавляют 50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:4, и затем нагревают содержимое стакана до растворения солей.

При наличии в руде железной, концентрате, агломерате или окатыше более 1% бария и свинца к охлажденному раствору, полученному согласно 6.4.3.2, приливают
50 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей.

6.4.4 Осадок, содержащий кремниевую кислоту, выделенную по 6.4.2 или 6.4.3, отфильтровывают на бумажный фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством

фильтробумажной массы, и промывают два-три раза горячей водой, шесть-восемь раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:9, затем снова два-три раза горячей водой, фильтр с осадком сохраняют. При возникновении разногласий в оценке качества по показателю содержания оксида кремния проводят его повторное выделение

Затем оба фильтра с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре от 1000 °С до 1100 °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы (m_1).

Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 5 капель серной кислоты, (5-10) см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с этими кислотами повторяют еще раз, после чего тигель прокаливают при температуре от 1000 °С до 1100°С до получения постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (m_2),

6.4.5 Для внесения поправки на массу оксида кремния в реактивах одновременно через все стадии анализа проводят холостой опыт.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю оксида кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 – масса тигля с осадком оксида кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 – масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

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

m_4 – масса тигля с остатком холостого опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m – масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша, г;

K – коэффициент пересчета массовой доли оксида кремния на его массовую долю в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r}, \quad (2)$$

где W_r – массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1

7.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение параллельных определений, полученных в условиях повторяемости (получают одним методом на идентичных объектах испытаний, в одной лаборатории, одним оператором с использованием аналогичного оборудования, в пределах короткого промежутка времени), если они удовлетворяют нормативам контроля качества результатов и метрологическим характеристикам, приведенным в таблице 3.

Результат признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r \quad (3)$$

где X_1 и X_2 - результаты параллельных определений

r – значение предела повторяемости (см. таблицу 3)

Процедуру проверки приемлемости результатов анализа проводят в соответствии со стандартом [6] и ГОСТ 23581.0.

Т а б л и ц а 3 - Значения показателя точности методики и нормативов контроля точности результатов измерений

В процентах

Массовая доля оксида кремния	Предел повторяемости, r при P = 0,95	Предел Воспроизводимости, R при $P = 0,95$	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности, $R_л$ при $P = 0,95$	Показатель точности, доверительные границы погрешности ±Δ при $P = 0,95$	Норматив контроля процедуры выполнения измерений, $K_т$ при $P = 0,90$
От 1,0 до 2,0 вкл.	0,09	0,13	0,11	0,09	0,06
Св. 2,0 » 5,0 »	0,16	0,23	0,19	0,16	0,11
» 5,0 » 10,0 »	0,24	0,33	0,28	0,24	0,16
» 10,0 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,4	0,3
» 20 » 50 »	0,7	1,0	0,8	0,7	0,5

7.3 Результат анализа оформляют протоколом или записью в журнале и представляют в виде $\overline{X} \pm \Delta$ (P = 0,95),

где Δ - доверительные границы погрешности для P = 0,95, %

Примечания:

1 Величина Δ соответствует расширенной неопределенности U с коэффициентом охвата k = 2.

2 Допускается сопровождать результат или группу результатов, полученных по данным стандарта, вместо указания их погрешности и доверительной вероятности ссылкой на него.

Числовое значение результата должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и показатель предела допускаемой погрешности, установленного настоящим стандартом.

8 Контроль качества результатов измерений

8.1 Оперативный контроль точности

8.1.1 Контроль процедуры измерений проводят в соответствии с ГОСТ 23581.0, рекомендациями [8] и с учетом требований стандарта [6]. Для контроля не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией проб выполняют анализ (государственного стандартного образца, стандартного образца предприятия, аттестованной смеси). Если отклонение результата определения массовой доли оксида кремния в образце для контроля $\overline{X}$ от аттестованного (расчетного значения) $A_{со}$ не превышает норматив контроля $K_т$. (см. таблицу 3)

$$\left|\overline{X} - A_{со}\right| \le K_т , \qquad (4)$$

результаты контроля признают удовлетворительными. При невыполнении условия (4) измерения повторяют, а при повторном невыполнении прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

8.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Значения показателей внутрилабораторной прецизионности, оцененные в соответствии со стандартом [6] и рекомендациями [7], приведены в таблице 3.

8.2.1 Для контроля внутрилабораторной прецизионности определяют массовую долю оксида кремния в проанализированных ранее пробах, изменяя влияющие факторы (разное время, разные операторы и т. д.). Расхождение между результатами $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$ не должно превышать допускаемое значение норматива контроля внутрилабораторной прецизионности $R_л$

$$\left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right| \le Rл , \qquad (5)$$

где $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$ - результаты измерений, полученные в различных условиях;

$R_л = 2,77\sigma_{Rл}$, (P=0,95).

Число расхождений результатов первичного и повторного анализа, превышающих допускаемые значения $R_л$ сравнивают с приемочным и браковочным числами в соответствии рекомендациями [8].

8.2.2 При соблюдении условий раздела 8 погрешность результатов измерений не превысит значения Δ (таблица 3).

Библиография

[1] ИСО 5725-1-2002 — Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

[2] Технические условия ТУ 2642-001-13927158-2003 — Фильтры обеззоленные (белая, синяя лента)

[3] ТУ 1916-027-27208846-01 — Тигли стеклоуглеродные марки СУ-2000

[4] Технические условия. ТУ 6-09-2878-84 — Кислота хлорная

[5] Технические условия ТУ 6-16 124-23 — Натрия пероксид

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

[7] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76-2004 — Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[8] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61-2010 — Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

УДК 622.341.1:546.712- 31.06:006.354 МКС 73.060.10

Ключевые слова: руды железные, концентраты, агломераты, окатыши, диоксид кремния, испытание

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1927.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru