ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57653— 2017

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли диоксида кремния

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 сентября 2017 г. № 1070-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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, 2017

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли диоксида кремния

Dusts of non-ferrous metallurgy enterprises. Methods of silicon dioxide mass content measuring

Дата введения —2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пыли металлургических предприятий цветной металлургии и устанавливает гравиметрический и фотометрический (в диапазоне от 1,00 % до 8,00 %) методы измерений массовой доли диоксида кремния (далее — оксид кремния (IV).

Общие требования к методам измерений и требования безопасности при выполнении измерений, контроль 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 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 2053 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 11293 Желатин. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

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

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

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

Издание официальное

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

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

ГОСТ Р 53228 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

4 Гравиметрический метод

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы 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-1-250 ТХС, В-1-400 ТХС, В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- 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;
- крышки (чашки) фарфоровые по ГОСТ 9147;
- 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;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор массовой концентрации 150 г/дм^3, подкисленный уксусной кислотой;
- натрий сернистый 9-водный (сульфид натрия) по ГОСТ 2053, раствор массовой концентрации 30 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) по разнице в массе до и после обработки осадка фтористоводородной кислотой.

4.3 Подготовка к выполнению измерений

4.3.1 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.

4.3.2 При приготовлении раствора сернистого натрия массовой концентрации 30 г/см^3 навеску соли массой 3 г растворяют в воде, доливают объем раствора до 100 см^3 при перемешивании. Раствор хранят в защищенном от света месте. Срок хранения — один год.

4.3.3 При приготовлении раствора роданистого аммония массовой концентрации 100 г/дм^3 навеску соли массой 10 г растворяют в воде, доливают объем раствора до 100 см^3 при перемешивании. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

4.3.4 При приготовлении раствора аммония уксуснокислого массовой концентрации 150 г/дм^3, подкисленного уксусной кислотой, навеску соли массой 150 г помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, приливают от 500 до 600 см^3 воды и перемешивают до полного растворения навески. Затем приливают при перемешивании 30 см^3 ледяной уксусной кислоты. Раствор охлаждают, доливают водой до 1000 см^3 и перемешивают.

4.4 Выполнение измерений

4.4.1 Навеску пробы массой от 0,5 до 1,0 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают водой, приливают 30 см^3 соляной кислоты и нагревают в течение от 10 до 15 мин. Затем раствор нагревают до влажных солей. Стакан снимают с плиты, приливают от 10 см^3 до 15 см^3 смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1, накрывают часовым стеклом и выдерживают при комнатной температуре до прекращения бурного выделения оксидов азота. Затем ставят на плиту и нагревают до исчезновения темных частиц (до разложения навески). Стекло снимают, обмывают водой и убирают, а раствор выпаривают досуха. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха, но не перекаливая. Выпаривание с соляной кислотой повторяют еще два раза.

4.4.2 Для проб, в которых отсутствует сульфат свинца

К сухому остатку, полученному по 4.4.1, приливают 10 см^3 соляной кислоты, от 50 до 60 см^3 горячей воды и нагревают до кипения. Горячий раствор фильтруют в стакан вместимостью 400 см^3 через фильтр

«синяя лента», в конус которого вложена фильтробумажная масса. Осадок промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:98, затем 3—4 раза горячей водой.

Если в пробе присутствует значительное количество свинца (свыше 5 %), то промывание раствором соляной кислоты ведут до отрицательной реакции промывных вод на ионы свинца (проба с раствором сернистого натрия), затем 3—4 раза горячей водой.

Примечание — Для проверки промывных вод на ионы свинца 2—3 капли промывных вод (фильтрата) помещают на часовое стекло или лист фильтровальной бумаги и прибавляют 3—5 капель сульфида натрия. Появление черного осадка сульфида свинца (или мути) указывает на наличие ионов свинца в растворе.

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 охлаждают и растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, тигель обмывают водой и присоединяют раствор к первому фильтрату. Объединенный раствор помещают в фарфоровую чашку или стакан вместимостью 250 (400) см^3 и выпаривают до влажных солей, не допуская пересыхания. 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 на 15—20 мин. Кристаллического осадка хлоридов в растворе не должно быть, в противном случае приливают еще от 20 до 40 см^3 горячей воды, перемешивают и оставляют на 10—15 мин.

4.4.3 Для проб, в которых присутствует сульфат свинца

К сухому остатку, полученному по 4.4.1, приливают 10 см^3 соляной кислоты, от 50 до 60 см^3 горячей воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают в проточной воде, затем отфильтровывают нерастворимый осадок (сульфаты и хлориды свинца, силикаты и т. д.) в стакан вместимостью 400 см^3 через фильтр «синяя лента» и промывают 3—4 раза холодной водой.

Горячий раствор фильтруют в стакан вместимостью 400 см^3 через фильтр «синяя лента», в конус которого вложена фильтробумажная масса. Осадок промывают 2—4 раза горячим раствором соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:98, затем 3—4 раза горячей водой.

Воронку с фильтром помещают в другой стакан и промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты, разбавленной в соотношении 2:98 для растворения хлорида свинца, затем горячим раствором уксуснокислого аммония до отрицательной реакции промывных вод на ионы свинца (проба с раствором сернистого натрия). Затем промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

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 охлаждают и растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, тигель обмывают водой и присоединяют раствор к первому фильтрату. Объединенный раствор помещают в фарфоровую чашку или стакан вместимостью 250 (400) см^3 и выпаривают до влажных солей, не допуская пересыхания. 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 на 15—20 мин.

4.4.4 Раствор с осадком, полученный по 4.4.2 и 4.4.3, фильтруют на фильтр «синяя лента» и промывают 3—4 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 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком 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 до комнатной температуры и взвешивают.

Осадок в тигле смачивают водой, приливают 8—10 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. Допускается проводить обработку фтористоводородной кислотой дважды, приливая по 5 см^3 кислоты каждый раз. 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 измерений для внесения поправки на массу оксида кремния (IV) в реактивах проводят холостой опыт.

Примечание — При работе с пылями, содержащими свинец, нерастворимый остаток необходимо обжигать и (или) сплавлять в платиновых тиглях после предварительного отделения свинца во избежание повреждения платиновой посуды

5 Фотометрический метод

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы 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 1100 °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;
- металлический стержень;
- 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, раствор, разбавленный в соотношении 1:3 (4,5 моль/дм^3) и раствор молярной концентрации эквивалента 0,25 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 0,5 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, прокаленный при температуре от 1000 °С до 1050 °С до постоянной массы;
- растворы оксида кремния (IV) 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 аскорбиновой кислотой до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. В этих условиях устраняется влияние фосфора и мышьяка. Измерение оптической плотности окрашенного раствора при длине волны от 720 до 810 нм.

5.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.1 Для приготовления раствора калия марганцовокислого массовой концентрации 30 г/дм^3 навеску соли массой 3 г растворяют в 100 см^3 воды.

5.3.2 Для приготовления раствора аммония молибденовокислого массовой концентрации 50 г/дм^3 навеску соли массой 5 г растворяют в 100 см^3. Раствор применяют свежеприготовленным.

5.3.3 Для приготовления раствора кислоты аскорбиновой массовой концентрации 50 г/дм^3 навеску кислоты массой 5 г растворяют в 100 см^3 воды, раствор применяют свежеприготовленным.

5.3.4 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 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 800 °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 снова перемешивают.

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

Срок хранения раствора — три месяца в закрытой полиэтиленовой посуде.

5.3.4.1 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.

5.3.4.2 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; 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 пункте 5.4.

Примечание — Концентрации градуировочных растворов носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого прибора, интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочного графика допускается использовать 3—7 градуировочных растворов, но не менее 3.

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), при условии работы с навеской m = 0,2500 г (расчетная навеска).

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

Навеску пробы массой 0,25 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, 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 см³, приливают от 60 до 70 см³ воды, нагретой до температуры от 60 °С до 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 см³ соляной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают водой до объема от 400 до 450 см³, 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 5,0 см³ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем приливают 30 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,25 моль/дм³ и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. Перемешивают после добавления каждого реактива. После перемешивания оставляют раствор на 10—15 мин для образования желтого кремнемолибденового комплекса.

Затем приливают в колбу 15 см³ раствора серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3, по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розово-малиновой окраски и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Раствор разбавляют водой до метки и вновь 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 холостого 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 формулам:

6.2.1 Концентрация оксида кремния (IV) в градуировочном растворе выражена в мг:

$$X_1 = \frac{m_1 V\,100}{V_1 m\,1000} = \frac{m_1 500 \cdot 100}{5m\,1000} = \frac{10m_1}{m}, \quad (2)$$

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.

6.2.2 Концентрация оксида кремния (IV) в градуировочном растворе выражена в массовой доле (%):

$$X_1 = \frac{w\,0{,}2500}{m}, \quad (3)$$

где w — массовая доля оксида кремния (IV), найденная по градуировочному графику, %;

0,2500 — масса расчетной навески, г;

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—2002 (пункт 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—2002 (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 2642-001-45235143—2011 — Фильтры бумажные лабораторные

[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: пыли металлургических предприятий цветной металлургии, раствор, методы измерений массовой доли диоксида кремния (оксида кремния (IV), градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 8—2017/106

Редактор *М.В. Терехина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.09.2017. Подписано в печать 05.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 22 экз. Зак. 1691.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru @gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru