МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
25542.1—
2019**

ГЛИНОЗЕМ

Метод определения диоксида кремния

(ISO 1232:1976, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Закрытым акционерным обществом «РУСАЛ Глобал Менеджмент Б.В.» (ЗАО «РУСАЛ Глобал Менеджмент Б.В.»), Объединением производителей, поставщиков и потребителей алюминия (Алюминиевая ассоциация)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2019 г. № 55)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 октября 2019 г. № 904-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.1—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2019 г.

5 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ISO 1232:1976 «Окись алюминия, используемая для производства алюминия. Определение содержания кремния. Спектрофотометрический метод с применением восстановленной кремнемолибденовой сини» («Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Determination of silica content — Reduced molybdosilicate spectrophotometric method», NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.1—93 (ИСО 1232—76)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Сущность метода 2
5 Испытательное оборудование, средства измерений, реактивы, стандартные растворы 2
6 Проведение анализа 3
7 Обработка результатов 5
Приложение А (обязательное) Атомно-эмиссионный метод определения содержания диоксида кремния 6

МКС 17.060

Поправка к ГОСТ 25542.1—2019 Глинозем. Методы определения диоксида кремния

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Метод определения диоксида кремния

Alumina. Method for the determination of silicon dioxide

Дата введения — 2019—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на глинозем металлургический и устанавливает спектрофотометрический (арбитражный) метод определения диоксида кремния при массовой доле от 0,01 до 0,20 % включительно при массовой доле оксида ванадия и оксида фосфора, не превышающей 0,02 %.

В приложении А дополнительно приведен атомно-эмиссионный метод определения содержания диоксида кремния в глиноземе от 0,005 % до 0,200 % включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. 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 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5817 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

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

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

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11069 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ ИСО/МЭК 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 23201.3 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов[1)]

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 50332.1—92 (МЭК 1020-6—91) «Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов».

Издание официальное

дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25542.0.

4 Сущность метода

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании при pH 0,85—0,95 желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановлении ее аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности раствора при длине волны 815 нм или в области светопропускания от 620 до 670 нм.

5 Испытательное оборудование, средства измерений, реактивы, стандартные растворы

5.1 Испытательное оборудование, средства измерений, реактивы

Печи электрические, обеспечивающие температуру нагрева (400 ± 50) °С и от 1000 до 1025 °С.

Чашка или тигель из платины по ГОСТ 6563.

pH-метр или иономер.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Примечания

1 Стеклянные детали следует осторожно промыть горячей хромовосерной кислотой, приняв все необходимые меры предосторожности.

2 Для щелочных растворов не следует использовать стеклянную посуду.

3 При анализе используют только реактивы квалификации не ниже «ч. д. а» и дистиллированную воду.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Натрий или аммоний молибденово-кислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Кислота винная по ГОСТ 5817, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с молярной концентрацией эквивалента 8,00 и 0,14 моль/дм^3.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

5.2 Стандартные растворы кремния

Раствор А: 0,2500 г тонко растертого предварительно прокаленного в течение 1 ч при температуре 1000 °С и охлажденного в эксикаторе диоксида кремния помещают в платиновый тигель или платиновую чашку, перемешивают с 5 г углекислого натрия и сплавляют 10—15 мин при температуре 900—950 °С до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают при нагревании водой. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более трех месяцев.

Примечание — 1 см^3 раствора А содержит 0,00025 г диоксида кремния.

Раствор Б: 20,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

Примечание — 1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г диоксида кремния.

Раствор В: 20,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 17,5 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

Примечание — 1 см^3 раствора В содержит 0,000005 г диоксида кремния.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

Раствор-фон I: 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборнокислого натрия помещают в платиновую чашку, перемешивают и растворяют при нагревании в 100 см^3 воды. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 400 см^3, содержащий 48 см^3 раствора азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор-фон II: 10 г борной кислоты и 24 г углекислого натрия перемешивают, растворяют при нагревании в 150 см^3 воды в платиновой чашке вместимостью 200 см^3. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 500 см^3, содержащий 74 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/дм^3. Фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

6 Проведение анализа

6.1 Определение массовой доли диоксида кремния при разложении пробы глинозема с использованием азотной кислоты

6.1.1 В зависимости от массовой доли диоксида кремния отбирают аликвотную часть азотнокислого раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3, согласно таблице 1 или таблице 2, и помещают в стакан вместимостью 100 см^3.

Таблица 1

Объем основного раствора, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3	Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г	Объем воды, который следует добавить к аликвотной части, см^3
500	50	0,50	0
250	25	0,50	25

Таблица 2

Массовая доля диоксида кремния, %	Объем аликвотной части раствора пробы, см^3	Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г	Объем раствора-фона I, см^3
От 0,01 до 0,03	25	0,5	0
Св. 0,03 » 0,07	10	0,2	15
» 0,07 » 0,2	5	0,1	25

В стакан добавляют 5 см^3 раствора молибденово-кислого аммония и перемешивают. Устанавливают pH раствора от 0,85 до 0,95 добавлением из бюретки раствора азотной кислоты или раствора аммиака.

Разбавляют, если необходимо, раствор так, чтобы объем раствора после прибавления раствора азотной кислоты или аммиака был равен 65 см^3, и снова измеряют pH.

Добавленное количество раствора азотной кислоты или аммиака записывают. Раствор отбрасывают.

6.1.2 Из того же раствора пробы вновь отбирают аликвотную часть согласно таблицам 1 и 2 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют раствор азотной кислоты или аммиака в количестве, определенном в 6.1.1, разбавляют при необходимости водой до 60 см^3 и добавляют 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают и оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С. Затем к раствору добавляют 5 см^3 винной кислоты, 22 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/дм^3, 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 815 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 620 до 670 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу диоксида кремния в растворе находят по градуировочному графику.

6.1.3 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по 25 $см^3$ раствора-фона I. Затем добавляют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в количестве, определенном предварительно следующим образом: 25,0 $см^3$ раствора-фона I помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ воды, 15 $см^3$ стандартного раствора Б, 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают. Устанавливают pH раствора от 0,85 до 0,95 добавлением из бюретки растворов азотной кислоты или аммиака. Добавленное количество раствора аммиака или азотной кислоты записывают. Раствор отбрасывают.

После добавления раствора-фона I и необходимого количества раствора азотной кислоты или аммиака в мерные колбы отбирают 0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 и 20,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,000125; 0,00015 и 0,0002 г диоксида кремния. Во все колбы добавляют воду до объема 60 $см^3$, затем добавляют по 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25 °С и далее поступают согласно 6.1.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора кремния.

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

6.2 Определение массовой доли диоксида кремния при разложении пробы с использованием серной кислоты

6.2.1 Навеску пробы массой 1 г помещают в платиновый тигель или чашку, прибавляют 1 г борной кислоты, 2,4 г углекислого натрия, тщательно перемешивают и сплавляют при температуре 1000 °С в течение 15 мин, предварительно помещая тигель или чашку с содержимым на 5—10 мин в более холодную часть муфеля до прекращения потрескивания.

После охлаждения плав выщелачивают горячей водой в стакан, в который предварительно отмеряют бюреткой 13,1 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/$дм^3$. Остаток плава растворяют в 1,7 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/$дм^3$, отмеренного бюреткой, нагревая содержимое тигля или чашки в течение 3—5 мин. Раствор присоединяют к основному раствору.

Тигель или чашку 2—3 раза ополаскивают горячей водой. Содержимое стакана нагревают до полного растворения осадка, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. Этот раствор используют также для определения массовой доли оксида железа.

Для проведения контрольного опыта смесь углекислого натрия с борной кислотой в платиновом тигле или чашке помещают в муфельную печь на 1—2 мин только для расплавления смеси. После охлаждения плав выщелачивают горячей водой в стакан, в который предварительно отмеривают бюреткой 7,4 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/$дм^3$.

В зависимости от массовой доли диоксида кремния отбирают пипеткой аликвотную часть основного раствора объемом 5—25 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Если на определение отобрано менее 25 $см^3$ раствора, то к нему добавляют раствор-фон II до объема 25 $см^3$. Затем раствор разбавляют до объема 55 $см^3$ раствором серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,14 моль/$дм^3$, приливают 5 $см^3$ молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем приливают 25 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/$дм^3$, обмывая стенки колбы, перемешивают, через 2—3 мин приливают при перемешивании 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 815 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 620 до 670 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу диоксида кремния в растворе находят по градуировочному графику.

6.2.2 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая приливают из бюретки 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,000025; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,000125 и 0,00015 г диоксида кремния. В каждую колбу приливают по 25 см^3 раствора-фона II и объем раствора в каждой колбе доводят до 55 см^3 раствором серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,14 моль/дм^3, приливают по 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и далее анализ продолжают, как указано в 6.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора кремния.

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

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю диоксида кремния X в %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1}{m V_2} \cdot 100 \qquad (1)$$

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

V_1 — объем основного раствора, см^3;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

7.2 Допускаемые расхождения наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля диоксида кремния, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,012
Св. 0,03 до 0,10 включ.	0,01	0,02
Св. 0,10 до 0,20 включ.	0,03	0,04

Приложение А
(обязательное)

Атомно-эмиссионный метод определения содержания диоксида кремния

А.1 Сущность метода

Измерение массовой доли диоксида кремния выполняют методом оптической атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Метод основан на разложении пробы, возбуждении атомов жидкой пробы в аргоновой плазме, разложении в оптической системе излучения в спектр и последующем измерении интенсивностей аналитических линий.

Зависимость интенсивности линий от содержания диоксида кремния в пробе устанавливают методом градуировочного графика, используемым в программном обеспечении спектрометра.

А.2 Вспомогательные устройства, средства измерений, реактивы, стандартные растворы

А.2.1 Вспомогательные устройства, средства измерений, реактивы

Оптический атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой, зарегистрированный в Государственном реестре средств измерений.

Аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Литий карбонат по нормативно-технической документации[1)].

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная в соотношении 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная в соотношении 1:1, 1:5.

Стакан стеклоуглеродный или кварцевый вместимостью 500 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Раствор алюминия: стружку алюминия марки А995 в течение 10 минут обрабатывают соляной кислотой, разбавленной 1:5, промывают дистиллированной водой, высушивают. Навеску алюминия массой 10 г помещают в стеклоуглеродный или кварцевый стакан вместимостью 500 $см^3$, частями приливают 150 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости.

Примечание — 1 $см^3$ полученного раствора содержит 40 мг алюминия.

А2.2 Стандартные растворы

Раствор А: 0,2500 г тонко растертого, предварительно прокаленного в течение 1 ч при температуре 1000 °С и охлажденного в эксикаторе диоксида кремния помещают в платиновый тигель или платиновую чашку, перемешивают с 5 г углекислого натрия и сплавляют 10—15 мин при температуре 900—950 °С до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают при нагревании водой. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Примечание — 1 $см^3$ раствора А содержит 0,25 мг диоксида кремния.

Раствор Б: 100 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Примечание — 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг диоксида кремния.

Раствор фон: 28 г лития углекислого помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 62 г борной кислоты и медленно приливают 500 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

А.3 Подготовка к выполнению измерения

А.3.1 Приготовление градуировочных растворов

В шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают 12,5 $см^3$ раствора алюминия, 50 $см^3$ раствора фона, затем по 0; 0,5; 1,0; 5,0; 15,0; 25,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,05; 0,1; 0,5; 1,5; 2,5 мг диоксида кремния, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Готовые градуировочные растворы хранят в полиэтиленовых емкостях не более месяца.

А.3.2 Подготовку атомно-эмиссионного спектрометра к работе проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

[1)] В Российской Федерации — по ТУ 6009-3728.

А.3.3 Для определения градуировочной характеристики измеряют массовую концентрацию диоксида кремния в градуировочных растворах, приготовленных по А.4.1, используя длину волны кремния 251,612 нм, и обрабатывают при помощи программного обеспечения спектрометра уравнением вида:

$$I = A + B \cdot C, \quad (А.1)$$

где A, B — коэффициенты регрессии для диоксида кремния, рассчитанные методом наименьших квадратов;

I — интенсивность спектральной линии кремния;

C — массовая концентрация диоксида кремния в растворе, мг/см^3.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости интенсивности излучения кремния от массовой концентрации диоксида кремния в растворе.

А.4 Выполнение измерений

А.4.1 Растворы пробы глинозема и контрольного опыта, подготовленные в соответствии с ГОСТ 23201.3 (подраздел 4.2), с использованием перистальтического насоса, подают в распылительную камеру спектрометра. Аналитические сигналы измеряют и обрабатывают при помощи программного обеспечения спектрометра.

А.4.2 При определении массовой доли диоксида кремния в глиноземе выполняют два параллельных определения. Результатом единичного определения считают значение массовой доли диоксида кремния, полученного при разложении одной навески пробы.

А.5 Обработка результатов

А.5.1 Массовую долю диоксида кремния X, %, в растворе пробы рассчитывают с использованием программного обеспечения спектрометра по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V_к \cdot 100}{m \cdot 10^3}, \quad (А.2)$$

где C — массовая концентрация диоксида кремния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику или вычисленная по формуле (А.1), мг/см^3;

C_0 — массовая концентрация диоксида кремния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику или вычисленная по формуле (А.1), мг/см^3;

$V_к$ — объем раствора пробы (объем мерной колбы, равный 100 см^3), см^3;

m — масса навески пробы, г;

10^3 — коэффициент пересчета массы пробы из г в мг.

А.5.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать значений предела повторяемости, указанных в таблице А.1.

Таблица А.1

Массовая доля диоксида кремния, %	Допускаемое расхождение, (% отн.)	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
От 0,005 до 0,020 включ.	30	42
Св. 0,020 до 0,060 включ.	19	28
Св. 0,060 до 0,200 включ.	14	19

А.6 Протокол измерений

Протокол измерений должен содержать следующие данные (более широко представлены в ГОСТ ИСО/МЭК 17025):

- идентификацию исследуемого материала;
- ссылку на примененный метод;
- результаты измерений и метод их выражения;
- особенности, отмеченные в процессе проведения измерений;
- любые операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

УДК 661.682.2.006.354 МКС 17.060

Ключевые слова: глинозем, диоксид кремния, раствор кремния, методы анализа, спектрофотометрический метод.

БЗ 11—2019/79

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.10.2019. Подписано в печать 24.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru